

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2003 年 9 月 12 日 (12.09.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/074748 A1

(51) 国際特許分類: C22C 23/00,
C22F 1/06, B21C 1/00, 1/24, 9/00, 5/00

己 (WAKAMATSU, Katsumi) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県伊丹市 昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP03/02524

(22) 国際出願日: 2003 年 3 月 4 日 (04.03.2003)

(74) 代理人: 山野 宏 (YAMANO, Hiroshi); 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区 西中島 1 丁目 9 番 20 号 新中島ビル 7 階 啓明特許事務所 Osaka (JP).

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(30) 優先権データ:
特願2002-57861 2002 年 3 月 4 日 (04.03.2002) JP
特願2002-57870 2002 年 3 月 4 日 (04.03.2002) JP
特願2002-62367 2002 年 3 月 7 日 (07.03.2002) JP
特願2002-62432 2002 年 3 月 7 日 (07.03.2002) JP
特願2002-83131 2002 年 3 月 25 日 (25.03.2002) JP
特願2002-350061 2002 年 12 月 2 日 (02.12.2002) JP
特願2003-55502 2003 年 3 月 3 日 (03.03.2003) JP

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電スチールワイヤー株式会社 (SUMITOMO (SEI) STEEL WIRE CORP.) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県伊丹市 昆陽北一丁目 1 番 1 号 Hyogo (JP).

規則 4.17 に規定する申立て:

(72) 発明者; および

— すべての指定国のための先の出願に基づく優先権を主張する出願人の資格に関する申立て (規則 4.17(iii))

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大石 幸広 (OISHI, Yukihiro) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県伊丹市 昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 河部 望 (KAWABE, Nozomu) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県伊丹市 昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 高橋 仁 (TAKAHASHI, Hitoshi) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県伊丹市 昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電スチールワイヤー株式会社 Hyogo (JP). 若松 克

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: MANESIUM BASE ALLOY TUBE AND METHOD FOR MANUFACTURE THEREOF

(54) 発明の名称: マグネシウム基合金管及びその製造方法

(57) Abstract: A magnesium base alloy tube which comprises (1) 0.1 to 12.0 mass % of Al or (2) 1.0 to 10.0 mass % of Zn and 0.1 to 2.0 mass % of Zr, and has been manufactured through drawing; and a method for manufacturing the magnesium base alloy tube which comprises a step of providing a base material tube having the above-mentioned chemical composition, a pointing step of subjecting the base material tube to pointing, and a drawing step of drawing the resultant pointed base material tube, wherein the drawing step is carried out with a drawing temperature of 50°C or higher. The magnesium base alloy tube is excellent in strength or toughness.

(57) 要約: 強度または韌性に優れたマグネシウム基合金管及びその製法を提供する。以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であって、引き抜きにより得られたことを特徴とするマグネシウム基合金管。①質量%で、Al: 0.1~12.0% ②質量%で、Zn: 1.0~10.0%、Zr: 0.1~2.0% このような合金管は、上記化学成分の母材管を用意する工程と、母材管に口付け加工する口付け工程と、口付けされた母材管を引き抜き加工する引き抜き工程とを具える。この引き抜き工程は引き抜き温度を 50°C 以上として行う。

WO 03/074748 A1

明 細 書

マグネシウム基合金管及びその製造方法

5 技術分野

本発明は、マグネシウム基合金管及びその製造方法に関するものである。特に、靱性または強度に優れるマグネシウム基合金管及びその製造方法に関するものである。

10 背景技術

マグネシウム基合金は、アルミニウムよりも軽く、比強度、比剛性が鋼やアルミニウムよりも優れており、航空機部品、自動車部品などの他、各種電気製品のボディーなどにも広く利用されている。特に、従来は、プレス成形品によく用いられており、このプレス用板材の製造方法として、圧延によるものが知られている（例えば、特許文献 1、
15 特許文献 2 参照）。

なお、特許文献 1 は特開 2001-200349 号公報であり、特許文献 2 は、特開平 6-293944 号公報である。

マグネシウム基合金は、上記のように様々な特性に優れており、板
20 材だけでなく管材として利用することが望まれている。しかし、Mg 及びその合金は、最密六方格子構造であるため、延性に乏しく、塑性加工性が極めて悪い。そのため、Mg 及びその合金の管を得ることは極めて困難であった。

また、マグネシウム基合金管は熱間押出しすることで得られるもの
25 の強度が低く、得られた管を構造材として用いることは難しかった。例えば、この熱間押出しによって得られた管は、アルミニウム合金の

管と比較しても優れた強度のものではない。

従って、本発明の主目的は、強度または韌性に優れたマグネシウム基合金管及びその製法を提供することにある。

また、本発明の他の目的は、YP 比が高いマグネシウム基合金管及びその製造方法を提供することにある。

発明の開示

本発明者らは、通常困難であるマグネシウム基合金の引き抜き加工について種々の検討を行った結果、引き抜き加工の際の加工条件を特定することで、強度や延性を改善した管が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

さらに、必要に応じて引き抜き加工後、所定の熱処理を組み合わせることで、高強度で高い YP 比や高い延性を両立する管が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

15 (マグネシウム基合金管)

即ち、本発明のマグネシウム基合金管の第 1 の特徴は、以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であって、引き抜きにより得られたことにある。

①質量%で、Al : 0.1~12.0%

20 ②質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%

本発明管に用いられるマグネシウム基合金には、鋳造用マグネシウム基合金と展伸用マグネシウム基合金のいずれも利用することができる。より具体的には、例えば、ASTM 記号における AZ 系、AS 系、AM 系、ZK 系などが利用できる。また、Al の含有量として、質量%で
25 0.1~2.0% 未満のものと、2.0~12.0% のものとを区別してもよい。
上記化学成分の他には Mg 及び不可避免的不純物が含まれる合金として

利用されることが一般的である。不可避免の不純物には、Fe、Si、Cu、Ni、Caなどが挙げられる。

AZ系においてAlの含有量が2.0~12.0質量%となるものとして、例えば、AZ31、AZ61、AZ91などが挙げられる。AZ31は、例えば、質量%でAl: 2.5~3.5%、Zn: 0.5~1.5%、Mn: 0.15~0.5%、Cu: 0.05%以下、Si: 0.1%以下、Ca: 0.04%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ61は、例えば、質量%でAl: 5.5~7.2%、Zn: 0.4~1.5%、Mn: 0.15~0.35%、Ni: 0.05%以下、Si: 0.1%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ91は例えば、質量%でAl: 8.1~9.7%、Zn: 0.35~1.0%、Mn: 0.13%以上、Cu: 0.1%以下、Ni: 0.03%以下、Si: 0.5%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ系においてAlの含有量が0.1~2.0質量%未満となるものとして、例えば、AZ10、AZ21などが挙げられる。AZ10は、例えば、質量%でAl: 1.0~1.5%、Zn: 0.2~0.6%、Mn: 0.2%以上、Cu: 0.1%以下、Si: 0.1%以下、Ca: 0.4%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ21は、例えば、質量%でAl: 1.4~2.6%、Zn: 0.5~1.5%、Mn: 0.15~0.35%、Ni: 0.03%以下、Si: 0.1%以下を含有するマグネシウム基合金である。

AS系においてAlの含有量が2.0~12.0質量%となるものとして、例えば、AS41などが挙げられる。AS41は、例えば、質量%でAl: 3.7~4.8%、Zn: 0.1%以下、Cu: 0.15%以下、Mn: 0.35~0.60%、Ni: 0.001%以下、Si: 0.6~1.4%を含有するマグネシウム基合金である。AS系においてAlの含有量が0.1~2.0質量%未満となるものとしてAS21などが挙げられる。AS21は、例えば、質量%でAl: 1.4~2.6%、Zn: 0.1%以下、Cu: 0.15%以下、Mn: 0.35~0.60%、Ni: 0.001%、Si: 0.6~1.4%を含有するマグネシウム基合金である。

AM 系における AM60 は、例えば、質量％で Al : 5.5~6.5%、Zn : 0.22% 以下、Cu : 0.35% 以下、Mn : 0.13% 以上、Ni : 0.03% 以下、Si : 0.5% 以下を含有するマグネシウム基合金である。AM100 は、例えば、質量％で Al : 9.3~10.7%、Zn : 0.3% 以下、Cu : 0.1% 以下、
5 Mn : 0.1~0.35%、Ni : 0.01% 以下、Si : 0.3% 以下を含有するマグネシウム基合金である。

ZK 系における ZK60 は、例えば、質量％で Zn : 4.8~6.2%、Zr : 0.45% 以上を含有するマグネシウム基合金である。

マグネシウム単体では十分な強度を得ることが難しいが、上記のよ
10 うに Al : 0.1 質量% 以上 12.0 質量% または Zn : 1.0~10.0 質量%、Zr : 0.1~2.0 質量% を含み、所定の引き抜き加工を行うことにより好ましい強度が得られる。また、質量％で Al : 0.1~12.0% を含むマグネシウム基合金管の場合、質量％で Mn : 0.1~2.0% を含むことが好適である。さらには質量％で Al : 0.1~12.0% を含むマグネシウム
15 基合金管の場合、質量％で Zn : 0.1~5.0%、Si : 0.1~5.0% の少なくとも一方を含有することが好ましい。Zn のより好ましい添加量は質量％で 0.1~2.0%、Si のより好ましい添加量は質量％で 0.3~2.0% である。このような元素を含有し、所定の引き抜き加工を行うことで、強度だけでなく靱性にも優れたマグネシウム基合金管を得る
20 ことができる。Zr のより好ましい含有量は 0.4~2.0 質量% である。

また、本発明管は、3% 以上の伸びと、250MPa 以上の引張強度を具備することで高い強度と優れた靱性とを兼ね備えるため、従来材と比較して比強度が大きく、特に強度が要求される軽量分野の構造材への使用が可能になる。そして、このように優れた強度と靱性とを具備すること
25 とで、上記構造材として使用された際の安全性を確保することができる。

本発明においてより好ましい引張強度は 250、280、300、320、350MPa 以上である。伸びが 3% 以上で、引張強度が 350MPa 以上であると、従来材と比較して比強度が大きく、特に強度が要求される軽量分野の構造材への使用に最適となる。もちろん、引張強度が 350MPa 以下のものでも種々の用途に実用的であることは言うまでもない。また、より好ましい伸びは 8% 以上、特に好ましい伸びは 15% 以上である。中でも、伸びが 15~20% で、引張強度が 250~350MPa のマグネシウム基合金管は靱性に優れ、曲げ半径の小さな曲げ加工を行うことができ、種々の構造材への適用が期待できる。より具体的には、外径 D (mm) の場合、曲げ半径が 3D 以下の曲げ加工を容易に行うことができる。さらに、伸びが 5% 以上 12% 未満のものと、伸びが 12% 以上のものを区別しても良い。通常、伸びは 20% 以下のものが実用的である。

本発明マグネシウム基合金管の第 2 の特徴は、上記の化学成分を有するマグネシウム基合金管であって、YP 比を 0.75 以上としたことにある。

YP 比は「0.2% 耐力/引張強度」で表される比率である。マグネシウム基合金を構造材として適用する場合、高強度であることが望まれる。その際、実際の使用限界は引張強度ではなく 0.2% 耐力の大きさによって決定されることから、高強度のマグネシウム基合金を得るためには、引張強度の絶対値を上げるだけでなく、YP 比を大きくする必要がある。従来の熱間押出しによって得られたマグネシウム基合金管の YP 比は 0.5~0.75 未満であり、一般的な構造用材料と比較して決して大きくなく、YP 比の増大が要求されていた。そこで、本発明は次述するように、引き抜き加工の際の引き抜き温度、加工度、引き抜き温度への昇温速度、引抜速度を特定したり、引き抜き加工後に所

定の熱処理を施したりすることで、0.75 以上と従来よりも YP 比が大きいマグネシウム基合金管を得ることができる。

例えば、引き抜き温度：50℃以上 300℃以下（より好ましくは 100℃以上 200℃以下、さらに好ましくは 100℃以上 150℃以下）、加工度：

- 5 引き抜き加工 1 回に対して 5% 以上（より好ましくは 10% 以上、特に好ましくは 20% 以上）、引き抜き温度への昇温速度：1℃/sec～100℃/sec、引抜速度：1m/sec 以上で引き抜き加工を行うことで、YP 比が 0.90 以上のマグネシウム基合金管を得ることができる。更に、上記引き抜き加工後に冷却し、温度 150℃以上（好ましくは 200℃以上）300℃以下、保持時間：5min 以上の熱処理を施すことで、YP 比が 0.75 以上 0.90 未満のマグネシウム基合金管を得ることができる。YP 比は大きい方が強度に優れるが、曲げ加工などの後加工が必要な場合には加工性に劣ることになるため、YP 比：0.75 以上 0.90 未満のマグネシウム基合金管は、特に、製造性をも考慮すると実用的である。より好ましい YP 比は、0.80 以上 0.90 未満である。

本発明マグネシウム基合金管の第 3 の特徴は、上記の化学成分を有するマグネシウム基合金管であって、0.2% 耐力を 220MPa 以上としたことにある。

- 20 上記のように構造材の使用限界は、0.2% 耐力の大きさによって決定される。そこで、本発明は、引き抜き加工の際の引き抜き温度、加工度、引き抜き温度への昇温速度、引抜速度を特定することで、従来材と比較して比耐力が大きい、具体的には 0.2% 耐力：220MPa 以上のマグネシウム基合金管を得ることができる。より好ましい 0.2% 耐力は 250MPa 以上である。

- 25 本発明マグネシウム基合金管の第 4 の特徴は、上記化学成分のマグネシウム基合金管であって、管を構成する合金の平均結晶粒径を 10

μm 以下としたことにある。

マグネシウム基合金の平均結晶粒径を微細化し、強度と靱性のバランスがとれたマグネシウム基合金管を得ることができる。平均結晶粒径の制御は、引き抜き加工の際の加工度や引き抜き温度、引き抜き加工後の熱処理温度などを調整することにより行う。平均結晶粒径を 10 μm 以下にするには、引き抜き加工後、200℃以上で熱処理を行うことが好ましい。

特に、平均結晶粒径が 5 μm 以下の微細な結晶構造とすれば、より一層強度と靱性のバランスがとれたマグネシウム基合金管を得ることができる。平均結晶粒径が 5 μm 以下の微細な結晶構造は、引き抜き加工後に好ましくは 200℃以上 250℃以下の熱処理を施すことで得ることができる。

本発明マグネシウム基合金管の第 5 の特徴は、上記化学成分のマグネシウム基合金管であって、管を構成する合金の組織を微細な結晶粒と粗大な結晶粒の混粒組織としたことにある。

結晶粒を混粒組織とすることで、強度と靱性を兼ね備えたマグネシウム基合金管を得ることができる。結晶粒の混粒組織の具体例としては、3 μm 以下の平均粒径を持つ微細な結晶粒と、15 μm 以上の平均粒径を持つ粗大な結晶粒との混合組織が挙げられる。中でも 3 μm 以下の平均粒径を有する結晶粒の面積率を全体の 10% 以上とすることで、一層強度と靱性に優れるマグネシウム基合金管を得ることができる。このような混粒組織は後述する引き抜き加工と、引き抜き後の熱処理の組合せにより得ることができる。特に、その熱処理は 150℃以上 200℃未満で行うことが好ましい。

本発明マグネシウム基合金管の第 6 の特徴は、上記化学成分のマグネシウム基合金管であって、この管の金属組織を双晶と再結晶粒の混

合組織としたことにある。

このような混合組織とすることで、強度と靱性のバランスに優れたマグネシウム基合金管を得ることができる。

本発明マグネシウム基合金管の第 7 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金管であって、管を構成する合金表面の表面粗さを $R_z \leq 5 \mu m$ としたことにある。本発明マグネシウム基合金管の第 8 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金管であって、管表面の軸方向残留引張応力を 80MPa 以下としたことにある。そして、本発明マグネシウム基合金管の第 9 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金管であって、管の外径の偏径差を 0.02mm 以下としたことにある。偏径差とは、管の同一断面における外径の最大値と最小値との差である。

マグネシウム基合金管において、表面が平滑であったり、軸方向残留引張応力が一定値以下、管の外径の偏径差が一定値以下であることで、曲げ加工などの加工の際において精度を向上させることができ、精密加工性に優れる。

管表面粗さの制御は、主に引き抜き加工時の加工温度を調整することにより行うことができる。その他、引抜速度や潤滑剤の選定などによっても表面粗さは影響を受ける。軸方向残留引張応力の調整は、引き抜き加工条件(温度、加工度)などで調整することができる。偏径差の調整は、ダイス形状、引き抜き温度および引き抜き方向などを制御することで調整することができる。

本発明マグネシウム基合金管の第 10 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金管であって、管外形の横断面形状を非円形としたことにある。

管の外周及び内周の断面形状は最も一般的には円形(同心円)である。

しかし、靱性にも優れる本発明管では、円形状に限らず、断面が楕円や矩形・多角形などの異形管とすることも容易にできる。管外形の断面形状を非円形にするには、ダイスの形状を変えることで容易に対応できる。また、構造材によっては、管の外周面の一部に凹凸を設けるなどして、長手方向の横断面形状が部分的に異なる場合も考えられる。この長手方向の横断面形状が異なる異形管は、引き抜いた管を転造するなどして得られる。本発明管は、異形管としても管外形の横断面形状が円形のものと同様の特性が得られ、異形管が要求される自転車や自動二輪車をはじめとする各種のフレーム材などの構造材へも適用可能である。

本発明マグネシウム基合金管の第 11 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金管であって、厚さを 0.5mm 以下としたことにある。

従来、引き抜きによるマグネシウム基合金管は実用的なものが得られておらず、押出しにより得られるマグネシウム基合金管でも厚さは 1.0mm 超である。本発明では、後述する引き抜き条件にて引き抜き加工を行うことで、薄肉のマグネシウム基合金管を得ることができる。特に、0.7mm 以下、さらには 0.5mm 以下の厚みの合金管を得ることができる。

このような薄肉の合金管は引き抜き加工により得られる。従来、マグネシウム基合金管は、その難加工性により押出し加工などで短尺のものが得られていた程度である。その伸びも 5~15% とばらつきが大きく、引張強度も 240MPa 程度であった。本発明では、引き抜き加工により靱性や強度に優れた薄肉の合金管を得ることができる。

本発明マグネシウム基合金管の第 12 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金管であって、外径が長手方向に均一で、内径は両端部が小さく、中間部が大きいバテッド管としたことにある。

本発明マグネシウム基合金管は強度と靱性に優れるため、バテッド管とすることも容易で、自転車のフレームなどにも応用することができる。バテッド管は、一般に外径が長手方向に均一で、内径は両端部が小さく、中間部が大きい管である。

5 (マグネシウム基合金管の製造方法)

本発明マグネシウム基合金管の製造方法は、下記の(A)～(C)のいずれかの化学成分からなるマグネシウム基合金の母材管を用意する工程と、

(A) : 質量%で、Al : 0.1～12.0%を含むマグネシウム基合金

10 (B) : 質量%で、Al : 0.1～12.0%を含み、さらに Mn : 0.1～2.0%、Zn : 0.1～5.0% 及び Si : 0.1～5.0% よりなる群から選択された少なくとも1種を含むマグネシウム基合金

(C) : 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.1～2.0%を含むマグネシウム基合金

15 母材管に口付け加工する口付け工程と、口付けされた母材管を引き抜き加工する引き抜き工程とを具える。そして、この引き抜き工程は引き抜き温度を 50℃ 以上として行うことを特徴とする。

このような温度域にて引き抜き工程を行うことで、強度と靱性の少なくとも一方に優れたマグネシウム基合金管を得ることができる。特に、強度に加え軽量であることが要求される構造材、例えば、椅子、
20 テーブル、登山用ステッキなどに用いられるパイプや、自転車などのフレーム用パイプなどに最適なマグネシウム基合金管を得ることができる。

また、本発明マグネシウム基合金管の製造方法は、下記の(A)～(C)
25 のいずれかの化学成分からなるマグネシウム基合金の母材管を用意する工程と、

(A) : 質量%で、Al : 0.1~12.0%を含むマグネシウム基合金

(B) : 質量%で、Al : 0.1~12.0%を含み、さらに Mn : 0.1~2.0%、Zn : 0.1~5.0%及び Si : 0.1~5.0%よりなる群から選択された少なくとも1種を含むマグネシウム基合金

5 (C) : 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%を含むマグネシウム基合金

母材管に口付け加工する口付け工程と、口付けされた母材管を引き抜き加工する引き抜き工程とを具える。そして、この口付けは、少なくとも口付け加工機に導入される母材管の先端加工部を加熱して行う
10 ことを特徴とする。この母材管の少なくとも端部における導入温度は50~450℃が好ましく、さらには100~250℃が一層好ましい。

このような加熱を行って口付け加工を行うことで、管に割れが生じることが抑制できる。

マグネシウム基合金管は、母材管の用意→(造膜)→口付け→引き抜き→(熱処理)→矯正加工の工程を経て製造される。このうち、造膜と熱処理は必要に応じて行われる。以下、各工程を詳しく説明する。
15

母材管は、例えば鋳造または押出しなどにより得られた管を利用することができる。もちろん、本発明方法により引き抜きした管を母材管としてさらに加工することも可能である。

20 母材管は、少なくとも先端部に潤滑処理を施して引き抜くことが好ましい。潤滑処理の一つである造膜は、母材管に潤滑被膜を施すことにより行われる。この潤滑被膜は、引き抜き時の引き抜き温度に対する耐熱性を有し、かつ表面の摩擦抵抗が小さい材料が好適である。例えば、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) や四フッ化-パーフルオ
25 ロアルキルビニルエーテル樹脂 (PFA) 等のフッ素系樹脂が好ましい。より具体的には、水分散性 PTFE や PFA を水に分散させ、この分散液

に母材管を浸漬し、300～450℃程度に加熱して PTFE や PFA 被膜を形成することが挙げられる。この造膜により形成された潤滑被膜は、後述する引き抜き時に残存して母材管の焼き付きを防止する。造膜を行った場合、後述する潤滑油への浸漬を併用してもよいが、行わなくても構わない。

口付け加工は、母材管の端部を縮径し、後工程の引き抜き加工の際、母材管の端部をダイスに挿入できるようにする。この口付け加工は、スウェーピングマシン等の口付け加工機により行われる。この口付け加工は、少なくとも母材管の先端加工部における導入温度を 50～450℃として行う。先端加工部は、母材管のうち口付け加工機により縮径加工される個所のことである。より好ましい導入温度の範囲は 100～250℃である。導入温度は、口付け加工機へ導入する直前の母材管温度である。

この加熱の手段は特に限定されない。予めヒータなどで母材管の端部を加熱し、スウェーピングマシンに導入するまでの時間を変えることで母材管端部の温度を調整できる。加熱を行ってから口付け加工機に母材管を導入するまでに温度の低下が少ないことが望ましい。特に、口付け加工機において母材管との接触部（通常はダイス）を加熱することが好適である。また、口付け加工を行う際、母材管の端部にマグネシウム基合金あるいは他の合金、金属からなる保温材を挿入して行うことも望ましい。スウェーピングマシンに母材管を導入すると、ダイスと母材管が接触することにより母材管の冷却が開始される。しかし、保温材の存在により、口付け加工時に母材管端部の温度低下が抑制され、母材管の割れを抑制して口付け加工を行える。保温材の具体例としてはマグネシウム基合金よりも加工が容易な銅などが挙げられる。

口付け加工における加工度（外径減少率）は、30%以下が好ましい。30%を超える加工を行うと口付け加工時に母材管に割れが生じやすい。より確実に割れを抑制するには15%以下、さらに好ましくは10%以下の加工度とする。

- 5 口付け加工を経た母材管は引き抜き工程に導入される。母材管の引き抜き加工は、母材管をダイスなどに通すことで行う。その際、銅合金やアルミニウム合金などの管引き抜きで実績のある方法を用いればよい。例えば、①母材管の内部に特定の部材を配置させないで穴ダイスを通して空引き、②母材管の内部にプラグを配置するプラグ引き、
- 10 ③ダイスを貫通するマンドレルを用いるマンドレル引きなどが挙げられる。プラグ引きには、図1(A)に示すように、支持棒1の先端にストレート部の長いプラグ2を固定し、このプラグ2とダイス3との間で母材管4の引き抜きを行う固定プラグ引きがある。その他、図1(B)に示すように、支持棒を用いることなくプラグ2を利用するフロー
- 15 ーティングプラグ引きや、図1(C)に示すように、支持棒1の先端にストレート部の短いプラグ2を固定して引き抜きを行うセミフローティングプラグ引きがある。一方、マンドレル引きは、図1(D)に示すように、ダイス3を貫通するマンドレル5を母材管全長に配置して引き抜きを行う。その際、マンドレルに潤滑被膜を形成することで一層
- 20 円滑な引き抜きを行うことができる。特に、マンドレル引きは肉厚が0.7mm以下の合金管を得るのに好適である。

- 特に、空引きとプラグ引きとを組み合わせることで、バテッド管を容易に製作することができる。つまり、引き抜き工程を次のように行えば良い。まず、母材管の一端側をダイス内に挿通すると共に、この
- 25 母材管をダイス内面とプラグとの間で挟み込むことなく空引きを行う。次に、母材管の中央部はダイス内面とプラグとの間で母材管を圧縮す

るプラグ引きを行う。そして、母材管の他端側は母材管をダイス内面とプラグとの間で挟み込むことなく空引きを行う。この工程により、両端部が肉厚で中間部が薄肉のバテッド管を成形することができる。その他、引き抜き加工がダイスを貫通するマンドレルを用いるマンドレル引きで、このマンドレルに外径が長さ方向で異なるマンドレルを用いてバテッド管を成形しても良い。その際、ダイス出口側に突出した母材管の先端加工部を把持して引き抜くことが好適である。母材管の把持はドローベンチなどを用いて行えば良い。さらに、この引き抜き時に、ダイス径を変更して複数回引き抜きを行なうこともバテッド管の形成に有効である。ダイス径の変更を行って複数回の引き抜きを行うことで、肉厚部と薄肉部との厚み差の大きいバテッド管を製造することができる。

また、上述の引き抜き加工は、引き抜き温度を 50℃ 以上として行う。引き抜き温度を 50℃ 以上とすることで管の加工が容易となる。但し、引き抜き温度が高くなると、強度低下を招くため、同温度は 350℃ 以下とすることが好適である。好ましくは 100℃ 以上 300℃ 以下、さらに好ましくは 200℃ 以下、特に好ましくは 150℃ 以下とする。

この引き抜き温度は、ダイス導入前後における母材管または加熱手段の設定温度とする。例えば、ダイス導入直前の母材管温度、ダイス出口直後の母材管（引抜管）温度、あるいはダイス直前にヒータを設置して加熱した場合は、ヒータの設定温度などとする。いずれにおいても実用上の大きな差異はない。ただし、ダイス出口直後の母材管温度は、加工度、加工速度、ダイス温度、パイプ形状、引き抜き方法（マンドレル引きかプラグ引きか等）などの要因により変化しやすく、ダイス入口側温度の方がより特定しやすい。

この引き抜き温度への加熱は、母材管の先端部のみに行っても良いし、

母材管全体に行なっても良い。いずれにおいても、強度や靱性に優れたマグネシウム基合金管を得ることができる。特に、少なくともダイスと接触する初期加工部を加熱することが好適である。この初期加工部は、口付け加工における先端加工部とは異なる。すなわち、引き抜き加工において、母材管がダイス（プラグまたはマンドレル）と接触して引き抜き加工が開始されるのは、先端加工部の根元部分となるため、初期加工部は、この引き抜き加工の開始個所、つまり先端加工部の根元部分のことを指す。より具体的には、空引きの場合は、母材管のうちダイスと接触する個所が初期加工部となり、プラグ引きの場合は、母材管のうちダイスおよびプラグと接触する個所が初期加工部となり、マンドレル引きの場合は、母材管のうちダイスおよびマンドレルと接触する個所が初期加工部となる。

母材管を加熱する方法としては、予熱した潤滑油に母材管を浸漬したり、雰囲気炉での加熱、高周波加熱炉での加熱または引き抜きダイスの加熱により行うことが好ましい。特に、予熱した潤滑油に母材管を浸漬することで潤滑処理と共に加熱も同時に行えて望ましい。加熱後に母材管を引き抜きダイスに導入するまでの放冷時間を変えることで出口温度を調整できる。造膜や潤滑油への浸漬以外の潤滑処理としては、強制潤滑が挙げられる。強制潤滑は、引き抜き加工時にダイスと母材管との間に加圧した潤滑剤を強制的に供給しながら引き抜きを行う潤滑手段である。潤滑剤にはパウダーや潤滑油が利用される。

このような潤滑処理と母材管の加熱とを組み合わせることで、引き抜きを行うことで、焼き付きや破断が生じることを抑制できる。特に、前述した条件にて口付け加工を行ってから所定の加熱条件で母材管を引き抜くことが好適である。

また、引き抜き加工は、ダイスおよびプラグを用いたプラグ引き加

工で行い、母材管の初期加工部のみを加熱し、その加熱温度にて引き抜き加工を行ってもよいし、もしくは加熱してから冷却途中にて引き抜き加工を行ってもよい。このとき、初期加工部の加熱温度は 150℃ 以上 400℃ 未満であることが好ましい。

- 5 上述した引き抜き温度への昇温速度は、1℃/sec～100℃/sec とすることが好ましい。また、引き抜き加工の引抜き速度は 1m/min 以上が好適である。

引き抜き加工は、複数パスを多段階に行うこともできる。この繰り返し多パスの引き抜き加工を行うことで、より細径の管を得ることができる。

10

一回の引き抜き加工における断面減少率は 5% 以上が好ましい。低加工度では得られる強度が小さいため、断面減少率 5% 以上の加工を行うことで、適切な強度と靱性の管を容易に得ることができる。より好ましい 1 パス当たりの断面減少率は 10% 以上、特に好ましくは 20% 以上である。ただし、加工度が大きくなりすぎると実際に加工できないため、1 パス当たりの断面減少率の上限は 40% 程度以下である。

15

引き抜き加工におけるトータルの断面減少率は 15% 以上であることが好適である。より好ましいトータル断面減少率は 25% 以上である。このようなトータル断面減少率 15% 以上の引き抜き加工により、強度と靱性を兼ね備えた管を得ることが可能になる。

20

引き抜き加工後の冷却速度は 0.1℃/sec 以上が好ましい。この下限値を下回ると結晶粒の成長を促進してしまうからである。冷却手段は、空冷のほか、衝風などが挙げられ、速度の調整は、風速、風量などにより行うことができる。

25

以上の引き抜き加工を行うことで、特に伸びが 3% 以上で、引張強

度が 350MPa 以上のマグネシウム基合金管を得ることができる。

さらに、引き抜き加工の後、管を 150℃ 以上 (好ましくは 200℃ 以上) に加熱することで、導入された歪みの回復と再結晶の促進が可能となり靱性をより向上させることができる。この熱処理の好ましい上限温度は 300℃ 以下である。また、この加熱温度の好ましい保持時間は 5～60 分程度である。より好ましい下限は 5～15 分程度、より好ましい上限は 20～30 分程度である。この熱処理により、伸びが 15～20% で、引張強度が 250～350MPa の合金管を得ることができる。なお、本発明方法により得られた管は、引き抜き加工後に 150℃ 以上の熱処理を施さなくても管として利用できる。

図面の簡単な説明

第 1 図は、管の引き抜き方式を示す説明図である。第 2 図は、AZ31 の合金管の外径と加工度との関係を示すグラフである。第 3 図は、AZ61 の合金管の外径と加工度との関係を示すグラフである。第 4 図は、加工度と引き抜き力との関係を示すグラフである。第 5 図は、試験例 2-3 における試料 No. 17-8 の金属組織を示す顕微鏡写真である。第 6 図は、バテッド管の製造工程を示し、(A) はパイプを空引きする際の説明図、(B) はパイプをプラグ引きする際の説明図である。第 7 図は、バテッド管の縦断面図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施の形態を説明する。

(試験例 1-1)

AZ31 合金及び AZ61 合金の押出管 (外径 ϕ 15.0mm、肉厚 1.5mm) を用いて、種々の温度にて外径 ϕ 12.0mm まで引き抜き加工を行い、種々

の管を得た。用いた AZ31 合金の押出材は、質量％で Al : 2.9%、Zn : 0.77%、Mn : 0.40% を含み、残部が Mg 及び不可避免の不純物からなるマグネシウム基合金、AZ61 合金の押出材は、質量％で Al : 6.4%、Zn : 0.77%、Mn : 0.35% を含み、残部が Mg 及び不可避免の不純物からなるマグネシウム基合金からなるものである。引き抜き加工は、空引きにより 2 パスにて行い、1 パス目で $\phi 13.5\text{mm}$ に加工した後、2 パス目で $\phi 12.0\text{mm}$ まで加工を行った。1 パス目の断面減少率は 10.0%、2 パス目の断面減少率は 12.3%、トータルの断面減少率は 21.0% であり、引き抜き後の管の冷却は、空冷で行い、冷却速度は $1\sim 5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ であった。加工温度は、ダイスの前にヒータを設置し、ヒータの加熱温度を加工温度としており、後述する試験例 1-2~1-10 についても同様である。加工温度への昇温速度は $1\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 、引抜速度は $10\text{m}/\text{min}$ である。得られた引き抜き管の特性を表 1 に示す。

表 1

合金種	試料 No.	加工温度 ℃	断面減少率 %	引張強度 MPa	破断伸び %	0.2%耐力 MPa	YP 比
AZ31	1-1	加工無し(押出材)		245	9.0	169	0.69
	1-2	20	21	加工できず			
	1-3	50	21	395	6.0	380	0.96
	1-4	100	21	380	8.0	362	0.95
	1-5	200	21	345	10.5	321	0.93
	1-6	300	21	303	11.5	279	0.92
AZ61	1-7	加工無し(押出材)		285	6.0	188	0.66
	1-8	20	21	加工できず			
	1-9	50	21	462	6.0	432	0.94
	1-10	100	21	451	8.0	422	0.94
	1-11	200	21	439	8.5	408	0.93
	1-12	300	21	412	10.5	382	0.93

表 1 に示すように AZ31 及び AZ61 合金の押出材(試料 No. 1-1 及び 1-7)は、引張強度 290MPa 以下、0.2%耐力 190MPa 以下、YP 比 0.70 以下、伸び 6~9%である。一方、50℃以上の温度にて引き抜き加工を行った試料 No. 1-3~1-6 及び 1-9~1-12 は、5%以上の優れた伸びと共に、300MPa 以上の高い引張強度、250MPa 以上の 0.2%耐力、

0.90 以上の YP 比を有している。即ち、これらの試料は、韌性を大きく低下させることなく、強度を向上できていることがわかる。これらの試料のうち、加工温度を 100℃ 以上 300℃ 以下とした試料 No. 1-4～1-6 及び No. 1-10～1-12 は、伸びが 8% 以上とより高い値を有しており、
5 韌性の点で特に優れている。従って、伸びを考慮すると、引き抜きの際の加工温度は、100℃ 以上 300℃ 以下が好ましいことがわかる。これに対して、引き抜き温度が 300℃ を超えると、引張強度の上昇率は小さく、また 20℃ の室温にて引き抜き加工を行った試料 No. 1-2 及び 1-8 は、断線のため加工できなかった。従って、50℃ 以上 300℃ 以下
10 下(好ましくは 100℃ 以上 300℃ 以下)の加工温度で、より優れた強度－韌性バランスを示すことがわかる。

得られた試料 No. 1-3～1-6 及び 1-9～1-12 は、3 パス以上の多パスの繰り返し引き抜き加工も可能であった。また、これらの試料 No. 1-3～1-6 及び 1-9～1-12 の表面粗さは Rz で 5 μ m 以下であった。これ
15 らの試料 No. 1-3～1-6 及び 1-9～1-12 の管表面の軸方向残留引張応力も X 線回折により求めたところ、同応力は 80MPa 以下であった。更に、管外径の偏径差(管外形の同一断面における径の最大値と最小値との差)は 0.02mm 以下であった。

(試験例 1-2)

20 AZ31 合金及び AZ61 合金の押出管(外径 ϕ 15.0mm、肉厚 1.5mm)を用いて、断面減少率を変えて引き抜き加工を行い、外径の異なる種々の管を得た。用いた AZ31 合金の押出材は、質量%で Al: 2.9%、Zn: 0.77%、Mn: 0.40% を含み、残部が Mg 及び不可避的不純物からなるマグネシウム基合金、AZ61 合金の押出材は、質量%で Al: 6.4%、
25 Zn: 0.77%、Mn: 0.35% を含み、残部が Mg 及び不可避的不純物からなるマグネシウム基合金からなるものである。引き抜き加工は、空引

きにより 1 パスにて行い、断面減少率をそれぞれ 5.5% (引き抜き後の外径 ϕ 14.20mm)、10.0% (同 ϕ 13.5mm)、21.0% (同 ϕ 12.0mm) とした。加工温度は 150℃、引き抜き後の冷却速度は 1~5℃/sec、加工温度への昇温速度は 1~2℃/sec、引抜速度は 10m/min である。得られた引

5 き抜き管の特性を表 2 に示す。

表 2

合金種	試料 No.	加工温度 ℃	断面減少率 %	引張強度 MPa	破断伸び %	0.2%耐力 MPa	YP 比
AZ31	2-1	加工無し(押出材)		245	9.0	169	0.69
	2-2	150	5.5	302	10.5	275	0.91
	2-3	150	10	325	9.5	302	0.93
	2-4	150	21	362	8.0	342	0.94
AZ61	2-5	加工無し(押出材)		285	6.0	188	0.66
	2-6	150	5.5	362	10.5	327	0.90
	2-7	150	10	408	9.5	382	0.94
	2-8	150	21	445	8.0	425	0.96

表 2 に示すように AZ31 及び AZ61 合金の押出材(試料 No. 2-1 及び

2-5)は、引張強度 290MPa 以下、0.2%耐力 190MPa 以下、YP 比 0.70 以下、伸び 6~9%である。一方、断面減少率 5%以上の引き抜き加工を行った試料 No. 2-2~2-4 及び 2-6~2-8 は、8%以上の優れた伸びと共に、300MPa 以上の高い引張強度、250MPa 以上の 0.2%耐力、0.90 以上の YP 比を有している。即ち、これらの試料は、断面減少率 5%以上の引き抜き加工を行うことで靱性を大きく低下させることなく、強度を向上できていることがわかる。

また、得られた試料 No. 2-2~2-4 及び 2-6~2-8 は、表面粗さが Rz で 5 μ m 以下、X 線回折で求めた管表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下、管外径の偏径差が 0.02mm 以下であった。

(試験例 1-3)

質量%で、Al : 1.2%、Zn : 0.4%、Mn : 0.3%を含み、残部が Mg および不可避免の不純物からなるマグネシウム基合金(AZ10 合金)の押出管、質量%で Al : 4.2%、Si : 1.0%、Mn : 0.40%を含み、残部が Mg 及び不可避免の不純物からなるマグネシウム基合金(AS41 合金)の押出管、質量%で Al : 1.9%、Si : 1.0%、Mn : 0.45%を含み、残部が Mg 及び不可避免の不純物からなるマグネシウム基合金(AS21 合金)の押出管を用いて、150℃の温度にて外径 ϕ 12.0mm まで引き抜き加工を行って管を得た。各押出管はいずれも外径 ϕ 15.0mm、肉厚 1.5mm である。

引き抜きの際の温度を 150℃にした以外は、試験例 1-1 と同様に引き抜き加工を行った。比較として、同様の方法で、引き抜きの際の温度を 20℃にした試料も作製した。得られた引き抜き管の特性を表 3 に示す。

表 3

合金種	試料 No.	加工温度 ℃	断面減少率 %	引張強度 MPa	破断伸び %	0.2%耐力 MPa	YP 比
AZ10	3-1	加工無し(押出材)		210	10	120	0.57
	3-2	20	21	加工できず			
	3-3	150	21	325	9.0	304	0.94
AS41	3-4	加工無し(押出材)		251	9.0	148	0.59
	3-5	20	21	加工できず			
	3-6	150	21	371	9.0	345	0.93
AS21	3-7	加工無し(押出材)		210	10.5	135	0.64
	3-8	20	21	加工できず			
	3-9	150	21	330	9.5	310	0.94

表 3 に示すようにいずれの合金の押出材(試料 3-1、3-4、3-7)も、
5 引張強度 260MPa 以下、0.2%耐力 150MPa 以下、YP 比 0.65 以下、伸び 9~10.5%である。一方、断面減少率 5%以上の引き抜き加工を行った試料 No.3-3、3-6、3-9 は、9.0%以上の優れた伸びと共に、300MPa 以上の高い引張強度、250MPa 以上の 0.2%耐力、0.90 以上の

YP 比を有している。即ち、これらの試料は、断面減少率 5% 以上の引き抜き加工を行うことで靱性を大きく低下させることなく、強度を向上できていることがわかる。また、得られた試料 No. 3-3、3-6、3-9 は、表面粗さが Rz で $5\mu\text{m}$ 以下、X 線回折で求めた管表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下、管外径の偏径差が 0.02mm 以下であった。

(試験例 1-4)

AZ31 合金および AZ61 合金の押出管(外径 $\phi 15.0\text{mm}$ 、肉厚 1.5mm)を用いて、外径 $\phi 12.0\text{mm}$ まで引き抜き加工を行い、引き抜き加工後、種々の温度で熱処理を施し、種々の管を得た。用いた AZ31 合金の押出材は、質量%で Al : 2.9%、Zn : 0.77%、Mn : 0.40% を含み、残部が Mg 及び不可避免の不純物からなるマグネシウム基合金、AZ61 合金の押出材は、質量%で Al : 6.4%、Zn : 0.77%、Mn : 0.35% を含み、残部が Mg 及び不可避免の不純物からなるマグネシウム基合金からなるものである。引き抜き加工は、 150°C の温度にて空引きにより 1 パスにて行った。断面減少率は 21.0% であった。加工温度は、ダイスの前にヒータを設置し、ヒータの加熱温度を加工温度とした。加工温度への昇温速度は $1\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 、引抜速度は $10\text{m}/\text{min}$ である。引き抜き後の管の冷却は、空冷で冷却速度：約 $1\sim 5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ にて実施し、室温まで冷却後、改めて $100\sim 300^{\circ}\text{C}$ の温度にて 15 分間の加熱処理を行った。

得られた管の引張強度、0.2% 耐力、破断伸び、YP 比、結晶粒径を調査した。平均結晶粒径は、管の断面組織を顕微鏡にて拡大し、視野内における複数の結晶の粒径を測定して、その平均値を求めた。結果を表 4 及び表 5 に示す。

表 4

合金種	試料 No.	熱処理温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	破断伸び %	平均結晶粒径 μm
AZ31	4-1	なし	362	342	0.94	7.5	17.5
	4-2	100	360	335	0.93	7.0	17.2
	4-3	150	335	298	0.89	12.5	混粒
	4-4	200	312	265	0.85	17.0	3.8
	4-5	250	301	240	0.80	19.0	4.3
	4-6	300	295	225	0.76	20.0	7.5
	4-7	押出材	245	169	0.69	9.0	18.8

表 5

合金種	試料 No.	熱処理温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	破断伸び %	平均結晶粒径 μm
AZ61	5-1	なし	445	425	0.96	7.5	17.3
	5-2	100	443	421	0.95	6.0	17.0
	5-3	150	425	380	0.89	12.0	混粒
	5-4	200	375	325	0.87	18.0	3.9
	5-5	250	359	292	0.80	19.0	4.6
	5-6	300	338	261	0.77	18.0	7.8
	5-7	押出材	285	188	0.66	6.0	20.3

表 4, 5 から明らかなように、AZ31 及び AZ61 合金のいずれにおいても、引き抜き加工及び熱処理を行っていない押出材(試料 No. 4-7 及び 5-7)と比較して、引き抜き加工後に 150℃ 以上の熱処理を行った試料 No. 4-3~4-6 及び 5-3~5-6 は、伸び及び強度の大幅な向上が確認できる。具体的には、これらの試料 No. 4-3~4-6 及び 5-3~5-6 は、

引張強度 280MPa 以上、0.2% 耐力 220MPa 以上、YP 比 0.75 以上 0.90 未満、伸び 12% 以上であり、延性と強度の両立した特性を示す。特に熱処理温度が 200℃ 以上の試料 No. 4-4~4-6 及び 5-4~5-6 は、伸びが 17% 以上であり、より靱性に優れていることがわかる。このうち、熱処理温度が 200℃ 以上 250℃ 以下の試料 No. 4-4、4-5 及び 5-4、5-5 は、引張強度 300MPa 以上、0.2% 耐力 240MPa 以上、YP 比 0.80 以上 0.90 未満、伸び 17% 以上と強度と延性のバランスがより良好である。

また、引き抜き加工後に 150℃ 以上の熱処理を行った試料 No. 4-3~4-6 及び 5-3~5-6 は、引き抜き加工後、温度 100℃ で熱処理を行った試料 No. 4-2 及び 5-2、引き抜き加工後、熱処理を施していない試料 No. 4-1 及び 5-1 とを比較すると、引張強度、0.2% 耐力、YP 比は低下するものの、伸びが大きく上昇していることが確認できる。一方、熱処理温度が 300℃ を越えると引張強度の上昇分が小さくなり、好ましくは 300℃ 以下の熱処理が望まれる。従って、引き抜き加工後、150℃ 以上 300℃ 以下 (好ましくは 200℃ 以上 300℃ 以下) の熱処理を行うことで、靱性により優れると共に、高い強度を有する管が得られることがわかる。

ここで得られた試料の平均結晶粒径は、表 4 及び 5 に示すように押出材 (試料 No. 4-7 及び 5-7) や 100℃ 以下の熱処理材 (試料 No. 4-1、4-2 及び 5-1、5-2) は、15 μm 以上の大きな結晶粒径を示した。これに対し、200℃ 以上の熱処理材 (試料 No. 4-4~4-6 及び 5-4~5-6) は、平均粒径 10 μm 以下の微細結晶粒となっている。このうち 200~250℃ の熱処理材 (試料 No. 4-4、4-5 及び 5-4、5-5) では平均粒径が 5 μm 以下になっている。また、150℃ の熱処理材 (試料 No. 4-3 及び 5-3) では、平均粒径 3 μm 以下の結晶粒と平均粒径 15 μm 以上の結晶粒の混合組

織となっており、 $3\mu\text{m}$ 以下の結晶粒の面積率が10%以上であった。従って、合金組織が微細な結晶粒からなる、あるいは微細な結晶粒と粗大な結晶粒との混合組織であることで、強度と靱性のバランスがとれたマグネシウム基合金管が得られることがわかる。

- 5 上記 $150^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ の熱処理材(試料 No. 4-3 \sim 4-6 及び 5-3 \sim 5-6)は、
2 パス以上の多パスの繰返し引き抜き加工も可能であった。また、
上記試料 No. 4-3 \sim 4-6 及び 5-3 \sim 5-6 は、表面粗さが R_z で $5\mu\text{m}$ 以下
であった。更に、管表面の軸方向残留引張応力を X 線回折法により求
めたところ、同応力は 80MPa 以下であった。そして、管外径の偏径差
10 (管の同一断面における外径の最大値と最小値との差)が 0.02mm 以下
であった。

(試験例 1-5)

- 質量%で、Al: 1.2%、Zn: 0.4%、Mn: 0.3%を含み、残部が Mg お
よび不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金(AZ10 合金)の押出
15 管、質量%で Al: 4.2%、Si: 1.0%、Mn: 0.40%を含み、残部が Mg
及び不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金(AS41 合金)の押出
管、質量%で Al: 1.9%、Si: 1.0%、Mn: 0.45%を含み、残部が Mg
及び不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金(AS21 合金)の押出
管を用いて、 150°C の温度にて外径 $\phi 12.0\text{mm}$ まで引き抜き加工を行い、
20 引き抜き加工後、 200°C で熱処理を施して管を得た。各押出管はいず
れも外径 $\phi 15.0\text{mm}$ 、肉厚 1.5mm である。引き抜き後の熱処理温度を
 200°C にした以外は、試験例 1-1 と同様に引き抜き加工、熱処理を行
った。比較として、同様の方法で、引き抜き後の熱処理温度を 100°C
にした試料を作製した。また、試験例 1-4 と同様にして、得られた管
25 の結晶粒径を調査した。得られた引き抜き管の引張強度、0.2%耐力、
破断伸び、YP 比、結晶粒径を表 6 に示す。

表 6

合金種	試料 No.	熱処理温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	破断伸び %	平均結晶粒径 μm
AZ10	6-1	なし	325	304	0.94	9.0	18.5
	6-2	100	322	301	0.93	9.0	18.0
	6-3	200	291	250	0.86	18.0	4.0
	6-4	押出材	210	120	0.57	10.0	20.1
AS41	6-5	なし	371	345	0.93	9.0	19.3
	6-6	100	368	340	0.92	9.0	19.2
	6-7	200	325	276	0.85	18.5	3.8
	6-8	押出材	251	148	0.59	9.0	21.2
AS21	6-9	なし	330	310	0.94	9.5	19.9
	6-10	100	328	305	0.93	9.0	19.5
	6-11	200	299	257	0.86	18.5	3.9
	6-12	押出材	210	135	0.64	10.5	20.2

表 6 に示すようにいずれの合金においても、引き抜き加工及び熱処
 5 理を行っていない押出材(試料 No. 6-4、6-8、6-12)と比較して、引き
 抜き加工後に 200℃の熱処理を行った試料 No. 6-3、6-7、6-11 は、伸
 び及び強度の大幅な向上が確認できる。また、得られた試料の結晶粒
 径は、押出材(試料 No. 6-4、6-8、6-12)、熱処理を施していない試料

No. 6-1、6-5、6-9 や 100℃ の熱処理材 (試料 No. 6-2、6-6、6-10) が 15 μm 以上の大きな結晶粒径を示した。これに対し、200℃ の熱処理材 (試料 No. 6-3、6-7、6-11) は、5 μm 以下の微細結晶粒となっている。また、得られた試料 No. 6-3、6-7、6-11 は、表面粗さが Rz で 5 μm 以下、X 線回折で求めた管表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下、管外径の偏径差が 0.02mm 以下であった。

(試験例 1-6)

ZK40 合金及び ZK60 合金の押出管 (外径 ϕ 15.0mm、肉厚 1.5mm) を用いて、外径 ϕ 12.0mm まで引き抜き加工を行い、引き抜き加工後、種々の温度で熱処理を施し、種々の管を得た。用いた ZK40 合金の押出材は、質量% で Zn : 4.1%、Zr : 0.5% を含み、残部が Mg 及び不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金、ZK60 合金の押出材は、質量% で Zn : 5.5%、Zr : 0.5% を含み、残部が Mg 及び不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金からなるものである。引き抜き加工は、150℃ の温度にて空引きにより 1 パスにて行った。断面減少率は 21.0% であった。加工温度は、ダイスの前にヒータを設置し、ヒータの加熱温度を加工温度とした。加工温度への昇温速度は 1~2℃/sec、引抜速度は 10m/min である。引き抜き後の管の冷却は、空冷で冷却速度 : 約 1~5℃/sec にて実施し、室温まで冷却後、改めて 100~300℃ の温度にて 15 分間の加熱処理を行った。

得られた管の引張強度、0.2% 耐力、破断伸び、YP 比、結晶粒径を調査した。平均結晶粒径は、管の断面組織を顕微鏡にて拡大し、視野内における複数の結晶の粒径を測定して、その平均値を求めた。結果を表 7 及び表 8 に示す。

表 7

合金種	試料 No.	熱処理温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	破断伸び %	平均結晶粒径 μm
ZK40	7-1	なし	425	399	0.94	8.5	19.3
	7-2	100	422	392	0.93	8.0	18.5
	7-3	150	412	368	0.89	12.0	混粒
	7-4	200	352	301	0.86	18.0	3.6
	7-5	250	341	276	0.81	19.0	4.4
	7-6	300	332	260	0.78	21.0	7.8
	7-7	押出材	275	201	0.73	8.0	19.8

表 8

合金種	試料 No.	熱処理温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	破断伸び %	平均結晶粒径 μm
ZK60	8-1	なし	458	431	0.94	9.5	18.8
	8-2	100	452	422	0.93	9.0	18.9
	8-3	150	428	381	0.89	12.5	混粒
	8-4	200	372	315	0.85	18.0	3.2
	8-5	250	358	289	0.81	19.0	4.5
	8-6	300	337	265	0.79	20.0	7.7
	8-7	押出材	295	212	0.72	9.0	20.5

表 7, 8 から明らかなように、ZK40 合金及び ZK60 合金のいずれ
5 においても、引き抜き加工及び熱処理を行っていない押出材（試料
No. 7-7 及び 8-7）と比較して、引き抜き加工後に 150℃ 以上の熱処理
を行った試料 No. 7-3～7-6 及び 8-3～8-6 は、伸び及び強度の大幅な
向上が確認できる。具体的には、これらの試料 No. 7-3～7-6 及び 8-3

～8-6 は、引張強度 300MPa 以上、0.2%耐力 220MPa 以上、YP 比 0.75 以上 0.90 未満、伸び 12% 以上であり、延性と強度の両立した特性を示す。特に熱処理温度が 200℃ 以上の試料 No. 7-4～7-6 及び 8-4～8-6 は、伸びが 18% 以上であり、より靱性に優れていることがわかる。

- 5 このうち、熱処理温度が 200℃ 以上 250℃ 以下の試料 No. 7-4、7-5 及び 8-4、8-5 は、引張強度 340MPa 以上、0.2%耐力 250MPa 以上、YP 比 0.80 以上 0.90 未満、伸び 18% 以上と強度と延性のバランスがより良好である。

- また、引き抜き加工後に 150℃ 以上の熱処理を行った試料 No. 7-3～
10 7-6 及び 8-3～8-6 は、引き抜き加工後、温度 100℃ で熱処理を行った試料 No. 7-2 及び 8-2、引き抜き加工後、熱処理を施していない試料 No. 7-1 及び 8-1 とを比較すると、引張強度、0.2%耐力、YP 比は低下するものの、伸びが大きく上昇していることが確認できる。一方、熱処理温度が 300℃ を越えると引張強度の上昇分が小さくなり、好ましくは 300℃ 以下の熱処理が望まれる。従って、引き抜き加工後、
15 150℃ 以上 300℃ 以下(好ましくは 200℃ 以上 300℃ 以下)の熱処理を行うことで、靱性により優れると共に、高い強度を有する管が得られることがわかる。

- ここで得られた試料の平均結晶粒径は、表 7 及び 8 に示すように押
20 出材(試料 No. 7-7 及び 8-7)や 100℃ 以下の熱処理材(試料 No. 7-1、7-2 及び 8-1、8-2)は、15 μ m 以上の大きな結晶粒径を示した。これに対し、200℃ 以上の熱処理材(試料 No. 7-4～7-6 及び 8-4～8-6)は、平均粒径 10 μ m 以下の微細結晶粒となっている。このうち 200～250℃ の熱処理材(試料 No. 7-4、7-5 及び 8-4、8-5)では平均粒径が 5 μ m 以下
25 になっている。また、150℃ の熱処理材(試料 No. 7-3 及び 8-3)では、平均粒径 3 μ m 以下の結晶粒と平均粒径 15 μ m 以上の結晶粒の混合組

織となっており、 $3\mu\text{m}$ 以下の結晶粒の面積率が10%以上であった。従って、合金組織が微細な結晶粒からなる、あるいは微細な結晶粒と粗大な結晶粒との混合組織であることで、強度と靱性のバランスがとれたマグネシウム基合金管が得られることがわかる。

- 5 上記 $150^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ の熱処理材(試料 No. 7-3~7-6 及び 8-3~8-6)は、2パス以上の多パスの繰返し引き抜き加工も可能であった。また、上記試料 No. 7-3~7-6 及び 8-3~8-6 は、表面粗さが R_z で $5\mu\text{m}$ 以下であった。更に、管表面の軸方向残留引張応力を X 線回折法により求めたところ、同応力は 80MPa 以下であった。そして、管外径の偏径差
10 (管の同一断面における外径の最大値と最小値との差)が 0.02mm 以下であった。

(試験例 1-7)

- ZK40 合金及び ZK60 合金の押出管(外径 $\phi 15.0\text{mm}$ 、肉厚 1.5mm)を用いて、種々の温度にて外径 $\phi 12.0\text{mm}$ まで引き抜き加工を行い、種々の管を得た。用いた ZK40 合金の押出材は、質量%で $\text{Zn}: 4.1\%$ 、 $\text{Zr}: 0.5\%$ を含み、残部が Mg 及び不可避的不純物からなるマグネシウム基合金、ZK60 合金の押出材は、質量%で $\text{Zn}: 5.5\%$ 、 $\text{Zr}: 0.5\%$ を含み、残部が Mg 及び不可避的不純物からなるマグネシウム基合金からなるものである。引き抜き加工は、空引きにより2パスにて行い、
20 1パス目で $\phi 13.5\text{mm}$ に加工した後、2パス目で $\phi 12.0\text{mm}$ まで加工を行った。1パス目の断面減少率は 10.0% 、2パス目の断面減少率は 12.3% 、トータルの断面減少率は 21.0% であり、引き抜き後の管の冷却は、空冷で行い、冷却速度は $1 \sim 5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ であった。加工温度は、ダイスの前にヒータを設置し、ヒータの加熱温度を加工温度としており、後述する試験例 1-8 についても同様である。加工温度への昇温速度は $1 \sim 2^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 、引抜速度は $10\text{m}/\text{min}$ である。得られた引き抜き管

の特性を表 9 に示す。

表 9

合金種	試料 No.	加工温度 ℃	断面減少率 %	引張強度 MPa	破断伸び %	0.2%耐力 MPa	YP 比
ZK40	9-1	加工無し(押出材)		275	8.0	201	0.73
	9-2	20	21	加工できず			
	9-3	50	21	448	6.0	419	0.94
	9-4	100	21	432	9.0	405	0.94
	9-5	200	21	421	10.0	389	0.92
	9-6	300	21	395	11.5	362	0.92
ZK60	9-7	加工無し(押出材)		295	9.0	212	0.72
	9-8	20	21	加工できず			
	9-9	50	21	477	6.0	446	0.94
	9-10	100	21	464	9.0	435	0.94
	9-11	200	21	452	10.0	419	0.93
	9-12	300	21	426	10.5	392	0.92

表 9 に示すように ZK40 及び ZK60 合金の押出材(試料 No. 9-1 及び
 5 9-7)は、引張強度 300MPa 未満、0.2%耐力 220MPa 未満、YP 比 0.75
 未満、伸び 8~9%である。一方、50℃以上の温度にて引き抜き加工
 を行った試料 No. 9-3~9-6 及び 9-9~9-12 は、5%以上の優れた伸び
 と共に、300MPa 以上の高い引張強度、250MPa 以上の 0.2%耐力、

0.90 以上の YP 比を有している。即ち、これらの試料は、靱性を大きく低下させることなく、強度を向上できていることがわかる。これらの試料のうち、加工温度を 100℃ 以上 300℃ 以下とした試料 No. 9-4~9-6 及び No. 9-10~9-12 は、伸びが 8% 以上とより高い値を有しており、靱性の点で特に優れている。従って、伸びを考慮すると、引き抜きの際の加工温度は、100℃ 以上 300℃ 以下が好ましいことがわかる。これに対して、引き抜き温度が 300℃ を超えると、引張強度の上昇率は小さく、また 20℃ の室温にて引き抜き加工を行った試料 No. 9-2 及び 9-8 は、断線のため加工できなかった。従って、50℃ 以上 300℃ 以下(好ましくは 100℃ 以上 300℃ 以下)の加工温度で、より優れた強度-靱性バランスを示すことがわかる。

得られた試料 No. 9-3~9-6 及び 9-9~9-12 は、3 パス以上の多パスの繰り返し引き抜き加工も可能であった。また、これらの試料 No. 9-3~9-6 及び 9-9~9-12 の表面粗さは Rz で 5 μ m 以下であった。これらの試料 No. 9-3~9-6 及び 9-9~9-12 の管表面の軸方向残留引張応力も X 線回折により求めたところ、同応力は 80MPa 以下であった。更に、管外径の偏径差(管外形の同一断面における径の最大値と最小値との差)は 0.02mm 以下であった。

(試験例 1-8)

20 ZK40 合金及び ZK60 合金の押出管(外径 ϕ 15.0mm、肉厚 1.5mm)を用いて、断面減少率を変えて引き抜き加工を行い、外径の異なる種々の管を得た。用いた ZK40 合金の押出材は、質量%で Zn: 4.1%、Zr: 0.5%を含み、残部が Mg 及び不可避的不純物からなるマグネシウム基合金、ZK60 合金の押出材は、質量%で Zn: 5.5%、Zr: 0.5%を含み、
25 残部が Mg 及び不可避的不純物からなるマグネシウム基合金からなるものである。引き抜き加工は、空引きにより 1 パスにて行い、断面減

少率はそれぞれ 5.5% (引き抜き後の外径 ϕ 14.20mm)、10.0% (同 ϕ 13.5mm)、21.0% (同 ϕ 12.0mm) であった。加工温度は 150℃、引き抜き後の冷却速度は 1~5℃/sec、加工温度への昇温速度は 1~2℃/sec、引抜速度は 10m/min である。得られた引き抜き管の特性を表 10 に示す。

表 10

合金種	試料 No.	加工温度 ℃	断面減少率 %	引張強度 MPa	破断伸び %	0.2%耐力 MPa	YP 比
ZK40	10-1	加工無し(押出材)		275	8.0	201	0.73
	10-2	150	5.5	339	10.5	306	0.90
	10-3	150	10	378	10.0	348	0.92
	10-4	150	21	425	8.5	399	0.94
ZK60	10-5	加工無し(押出材)		295	9.0	212	0.72
	10-6	150	5.5	377	10.5	342	0.91
	10-7	150	10	421	9.5	389	0.92
	10-8	150	21	458	9.5	431	0.94

表 10 に示すように ZK40 及び ZK60 合金の押出材(試料 No.10-1 及び

10-5)は、引張強度 300MPa 未満、0.2%耐力 220MPa 未満、YP 比 0.75 未満、伸び 8~9%である。一方、断面減少率 5%以上の引き抜き加工を行った試料 No.10-2~10-4 及び 10-6~10-8 は、8%以上の優れた伸びと共に、300MPa 以上の高い引張強度、250MPa 以上の 0.2%耐力、
5 0.90 以上の YP 比を有している。即ち、これらの試料は、断面減少率 5%以上の引き抜き加工を行っても靱性を大きく低下させることなく、強度を向上できていることがわかる。

また、得られた試料 No.10-2~10-4 及び 10-6~10-8 は、表面粗さが Rz で 5 μ m 以下、X 線回折で求めた管表面の軸方向残留引張応力が
10 80MPa 以下、管外径の偏径差が 0.02mm 以下であった。

(試験例 1-9)

質量%で、Al: 6.1%、Mn: 0.44%を含み、残部が Mg と不可避免的不純物とからなるマグネシウム基合金 (AM60) の押出管 (外径 ϕ 15.0mm、肉厚 1.5mm) を用いて、150℃の温度にて外径 ϕ 12.0mm まで引き抜き
15 加工を行って管を得た。引き抜きの際の温度を 150℃にした以外は、試験例 1-1 と同様に引き抜き加工を行った。比較として同様の方法で引き抜きの際の温度を 20℃にした試料を作製した。得られた引き抜き管の特性を表 11 に示す。

表 11

合金種	No.	加工温度 ℃	断面減少率 %	引張強度 MPa	破断伸び %	0.2%耐力 MPa	YP 比
AM60	11-1	加工無し (押出材)		267	8.5	165	0.62
	11-2	20	21		加工できず		
	11-3	150	21	375	8.0	348	0.93

表 11 に示すように、押出材 (試料 No.11-1) は、引張強度 267MPa、
 5 0.2% 耐力 165MPa、YP 比 0.62、伸び 8.5% である。一方、断面減少率
 5% 以上の引き抜き加工を行った試料 No.11-3 は、8% の伸びと共に、
 300MPa 以上の高い引張強度、250MPa 以上の 0.2% 耐力、0.90% 以上
 の YP 比を有している。すなわち、この試料は、靱性を大きく低下さ
 せることなく、強度を向上できていることがわかる。また、得られた
 10 試料は、表面粗さが Rz で 5 μ m 以下、X 線回折で求めた管表面の軸方

向残留引張応力が 80MPa 以下、管外径の偏径差が 0.02mm であった。

(試験例 1-10)

質量%で、Al : 6.1%、Mn : 0.44%を含み、残部が Mg と不可避免的不
純物とからなるマグネシウム基合金 (AM60) の押出管 (外径 ϕ 15.0mm、
5 肉厚 1.5mm) を用いて、150℃の温度にて外径 ϕ 12.0mm まで引き抜き
加工を行い、引き抜き加工後 200℃で熱処理を施して管を得た。引き
抜きの際の温度を 150℃にした点および引き抜き後に 200℃の熱処理
を行った点を除いて試験例 1-1 と同様に管を作製した。比較として同
様の方法で引き抜き後の熱処理温度を 100℃にした試料ならびに熱処
10 理を施さない試料を作製した。また、試験例 1-4 と同様に、得られた
管の平均結晶粒径を調査した。得られた引き抜き管の特性を表 12 に
示す。

表 1 2

合金種	No.	熱処理温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	伸び %	平均結晶粒径 μm
AM60	12-1	なし	375	348	0.93	8.0	18.2
	12-2	100	372	344	0.92	8.0	18.5
	12-3	200	330	285	0.86	18.0	3.8
	12-4	押出材	267	165	0.62	8.5	18.5

表 12 に示すように、押出材(試料 No.12-4)と比較して引き抜き加工後に 200℃の熱処理を行った試料 No.12-3 は、伸び、強度の大幅な向上が確認できる。また、得られた試料の平均結晶粒径は、押出材(試料 No.12-4)、熱処理していない試料 No.12-1、100℃の熱処理材(試料 No.12-2)が 15 μm 以上の大きな結晶粒径を示した。これに対し、200℃の熱処理材(試料 No.12-3)は、5 μm 以下の微細結晶粒となって

いる。また、得られた試料 No.12-3 は、表面粗さが R_z で $5\mu\text{m}$ 以下、X 線回折で求めた管表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下、管外径の偏径差が 0.02mm 以下であった。

(試験例 2-1)

- 5 AZ31 合金及び AZ61 合金の押出母材管(外径 $\phi 10\sim\phi 45\text{mm}$ 、肉厚 $1.0\sim 5\text{mm}$)を用いて、種々の温度にて加工度の異なる口付け加工を行った。用いた AZ31 合金の押出材は、質量%で Al : 2.9% 、Zn : 0.77% 、Mn : 0.40% を含み、残部が Mg 及び不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金、AZ61 合金の押出材は、質量%で Al : 6.4% 、Zn : 0.77% 、
10 Mn : 0.35% を含み、残部が Mg 及び不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金からなるものである。

- 口付け加工は、母材管の端部を 350°C に加熱し、スウェーピングマシンのダイスに導入するまでの時間(放冷時間)を変えることで、ダイス導入時の温度(導入温度)を調整した。導入温度は、加熱温度
15 (350°C)と放冷時間とから計算により推定した。一部の母材管についてはスウェーピングマシンのダイスの加熱を併用した。このダイスの加熱温度は 150°C である。また、一部の母材管には、端部に円筒状の銅ブロック(保温材)を挿入して加熱を行った。各母材管の導入温度、ダイスの加熱の有無、保温材の有無ならびに各加工度での加工性を表 13 および表 14 に示す。加工度は $\{(\text{加工前のパイプ外径} - \text{加工後のパイプの外径}) / \text{加工前のパイプ外径}\} \times 100$ で示し、加工性は各加工度で割れなく加工できたものを○、割れたものを×で示している。そして、各試料について加工前の外径と口付け加工できた加工度との関係を図 2、図 3 のグラフに示す。図 2 は AZ31、図 3 は AZ61 に
20 についての試験結果である。
25

表 1 3

試料 No.	化学成分	導入温度 (℃)	ダイス加熱 の有無	保温材の 有無	各加工度での加工性			備考
					3%	5%	10%	
13-1	AZ31	20	なし	なし	×	×	×	
13-2	AZ31	50	なし	なし	○	×	×	
13-3	AZ31	100	なし	なし	○	○	○	
13-4	AZ31	450	なし	なし	○	○	○	
13-5	AZ31	480	なし	なし	○	○	○	※1
13-6	AZ31	20	あり	なし	○	×	×	
13-7	AZ31	50	あり	なし	○	○	×	
13-8	AZ31	100	あり	なし	○	○	○	
13-9	AZ31	450	あり	なし	○	○	○	
13-10	AZ31	480	あり	なし	○	○	○	※1
13-11	AZ31	20	なし	あり	×	×	×	
13-12	AZ31	50	なし	あり	○	○	×	
13-13	AZ31	100	なし	あり	○	○	○	
13-14	AZ31	450	なし	あり	○	○	○	
13-15	AZ31	480	なし	あり	○	○	○	※1

※1：表面酸化が激しく使用不可

表 1 4

試料 No.	化学成分	導入温度 (℃)	ダイス加熱 の有無	保温材の 有無	各加工度での加工性			備考
					2%	3%	5%	
14-1	AZ61	20	なし	なし	×	×	×	
14-2	AZ61	50	なし	なし	○	×	×	
14-3	AZ61	100	なし	なし	○	○	○	
14-4	AZ61	450	なし	なし	○	○	○	
14-5	AZ61	480	なし	なし	○	○	○	※1
14-6	AZ61	20	あり	なし	○	×	×	
14-7	AZ61	50	あり	なし	○	○	×	
14-8	AZ61	100	あり	なし	○	○	○	
14-9	AZ61	450	あり	なし	○	○	○	
14-10	AZ61	480	あり	なし	○	○	○	※1
14-11	AZ61	20	なし	あり	×	×	×	
14-12	AZ61	50	なし	あり	○	○	×	
14-13	AZ61	100	なし	あり	○	○	○	
14-14	AZ61	450	なし	あり	○	○	○	
14-15	AZ61	480	なし	あり	○	○	○	※1

※1：表面酸化が激しく使用不可

この表やグラフから明らかなように、母材管端部の導入温度が
5 50℃であるものは、2～3%程度の加工度であれば割れを生じること
なく口付け加工が行えることがわかる。導入温度を 50℃とした試料に
おいて、ダイスの加熱か保温材の適用を組み合わせると、より高い加

工度で口付けを行うことができる。また、導入温度を 100～450℃にした試料は 5%以上の高い加工度での口付け加工が可能である。さらに、導入温度が 480℃を超えるものは、加工が可能であるものの表面酸化が著しく、商品としての利用に耐えられなかった。なお、本発明
5 方法による加工では、厚さが 0.5mm のマグネシウム基合金管が得られることも確認できた。

(試験例 2-2)

次に、試験例 2-1 と同一化学成分の押出管に造膜処理を行った母材管も用意した。造膜は、PTFE を水中に分散させ、母材管をこの分散
10 液に浸漬して、引き上げた母材管を 400℃に加熱し、母材管表面に PTFE の樹脂被膜を形成することにより行った。続いて、試験例 2-1 における試料 No.13-3 と同様の口付け加工を行い、この加工後の母材管に引き抜き加工を行った。

引き抜きはドローベンチを用いてプラグ引きにより 1 パスで行う。
15 引き抜き時には、母材管に対し、予熱した潤滑油への浸漬、雰囲気炉による加熱、高周波炉による加熱、引き抜きダイスの加熱のいずれかによる加熱処理を組み合わせた。母材管を潤滑油の油槽、雰囲気炉または高周波炉から取り出し後、引き抜きダイスに導入するまでの時間を変えて出口温度を調整した。出口温度は引き抜きダイスの出口直後
20 における引抜管の温度である。出口温度への昇温速度は 1～2℃/sec であった。引き抜き後の管の冷却は空冷で行い、冷却速度は 1～5℃/sec であった。引抜速度は 10m/min である。

AZ31 の出口温度、加熱方法、潤滑方法、各加工度での加工性を表
15 に、AZ61 のこれら条件と結果を表 16 に示す。加工度は、 $\{ (加工前のパイプ断面積 - 加工後のパイプの断面積) / 加工前のパイプ断面積 \} \times 100$ で示している。加工性は破断なく引き抜きできたものを
25

「○」、破断したものを「×」、焼き付いたものを「焼付き」と表示している。「潤滑方法」において、「潤滑油」は母材管に潤滑油を付着させることを、「造膜＋潤滑油」は PTFE の樹脂被膜を形成した母材管に潤滑油を付着させることを、「造膜」は母材管に PTFE の樹脂被膜を形成して潤滑油を用いることなく引き抜きを行うことを、「強制潤滑」は潤滑油を強制的にダイスと母材管の間に供給しながら引き抜きを行うことを示している。

さらに、引き抜き加工における加工度と引き抜き力との関係を調べた。引き抜き力は、引き抜きダイスの出口側に配置したロードセルで測定した。加工度と引き抜き力との関係を図 4 のグラフに示す。図 4 のグラフにおいて、白抜きの丸、三角、ダイヤは AZ31 の結果を、AZ61 (PTFE) は AZ61 で造膜して潤滑油に浸漬したもの、AZ (通常) は AZ61 で造膜せず潤滑油への浸漬のみ行ったもの、×印は計算値を示している。

表 15

試料 No.	化学成分	出口温度 (℃)	加熱方法	潤滑方法	各加工度での加工性		
					5%	10%	20%
15-1	AZ31	20	潤滑油浸漬	潤滑油	○	×	×
15-2	AZ31	50	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	×
15-3	AZ31	100	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	○
15-4	AZ31	200	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	○
15-5	AZ31	250	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	×
15-6	AZ31	20	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	×	×
15-7	AZ31	50	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	×
15-8	AZ31	100	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	○
15-9	AZ31	200	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	○
15-10	AZ31	250	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	×
15-11	AZ31	200	雰囲気炉	強制潤滑	○	○	○
15-12	AZ31	200	雰囲気炉	造膜+潤滑油	○	○	○
15-13	AZ31	300	雰囲気炉	造膜	○	○	×
15-14	AZ31	200	高周波炉	強制潤滑	○	○	○
15-15	AZ31	200	高周波炉	造膜+潤滑油	○	○	○
15-16	AZ31	300	高周波炉	造膜	○	○	×
15-17	AZ31	100	ダイス加熱	強制潤滑	○	○	○
15-18	AZ31	100	ダイス加熱	造膜+潤滑油	○	○	○
15-19	AZ31	300	ダイス加熱	造膜	○	○	×

表 1 6

試料 No.	化学成分	出口温度 (°C)	加熱方法	潤滑方法	各加工度での加工性		
					5%	10%	20%
16-1	AZ61	20	潤滑油浸漬	潤滑油	○	×	×
16-2	AZ61	50	潤滑油浸漬	潤滑油	○	焼付	×
16-3	AZ61	100	潤滑油浸漬	潤滑油	○	焼付	焼付
16-4	AZ61	200	潤滑油浸漬	潤滑油	○	焼付	焼付
16-5	AZ61	250	潤滑油浸漬	潤滑油	○	焼付	焼付
16-6	AZ61	20	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	×	×
16-7	AZ61	50	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	×
16-8	AZ61	100	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	○
16-9	AZ61	200	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	○
16-10	AZ61	250	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	×
16-11	AZ61	200	雰囲気炉	強制潤滑	○	焼付	焼付
16-12	AZ61	200	雰囲気炉	造膜+潤滑油	○	○	○
16-13	AZ61	300	雰囲気炉	造膜	○	○	×
16-14	AZ61	200	高周波炉	強制潤滑	○	焼付	焼付
16-15	AZ61	200	高周波炉	造膜+潤滑油	○	○	○
16-16	AZ61	300	高周波炉	造膜	○	○	×
16-17	AZ61	100	ダイス加熱	強制潤滑	○	焼付	焼付
16-18	AZ61	100	ダイス加熱	造膜+潤滑油	○	○	○
16-19	AZ61	300	ダイス加熱	造膜	○	○	×

これらの表やグラフから明らかなように、出口温度を 50～300℃と
 5 した場合に好ましい結果が得られていることがわかる。特に、造膜と
 潤滑油による潤滑とを組み合わせた試料は、高い加工度での引き抜き
 が行えることがわかる。

(試験例 2-3)

さらに、試験例 2-2 の一部の試料については、複数パスでトータル

加工度の異なる引き抜きを行い、その一部には引き抜き後に熱処理を施した。引き抜き時の「加熱方法」は潤滑油浸漬、「潤滑方法」は潤滑油である。また、引き抜きは、トータル加工度 15% のものは 1 パスで、30% のものは 2 パスで、45% のものは 3 パスで行った。各パスごとに、潤滑油浸漬により出口温度へ母材管の加熱を行う。トータル加工度は、 $\{ (加工前のパイプ断面積 - 最終加工後のパイプの断面積) / 加工前のパイプ断面積 \} \times 100$ で示している。引き抜き後の熱処理は 250℃×30 分とした。得られたすべての引抜管について伸びと引張強度も測定した。各試料の出口温度、トータル加工度、引き抜き後の熱処理の有無、伸び、引張強度を表 17 に示す。

表 17

試料 No.	化学成分	出口温度 (°C)	トータル加工度 (%)	引き抜き後 熱処理の有無	伸び (%)	引張強度 (MPa)
17-1	AZ31	200	15	なし	3	280
17-2	AZ31	200	30	なし	4	320
17-3	AZ31	200	45	なし	3	370
17-4	AZ31	200	45	あり	20	280
17-5	AZ61	200	15	なし	3	300
17-6	AZ61	200	30	なし	2	340
17-7	AZ61	200	45	なし	4	380
17-8	AZ61	200	45	あり	15	330

表 17 から明らかなように、引き抜き後に熱処理を施した試料は、
5 高い伸びを示していることがわかる。

また、試料 No. 17-8 の金属組織を光学顕微鏡で観察した。その写真を図 5 に示す。得られた金属組織は、双晶と再結晶粒が混合した特徴的な組織であった。

(試験例 2-4)

試験例 2-2 における試料 No. 15-4 を用いて曲げ加工を施した。曲げ加工は、常温にて回転引き曲げ加工により、管外径 D が 21.5mm、厚み 1mm の引抜管を半径 $2.8D$ の曲げを付与した。その結果、このような曲げ径の小さな場合でも曲げ加工が良好に行えることが確認できた。

5 (試験例 2-5)

AZ31 材を用いてバテッド加工を行った。まず、外径 28mm、厚さ 2.5mm の押出材からなるパイプを用意し、外径 24mm、厚さ 2.2mm までプラグ引きにて引き抜き加工を行う。続いて、引き抜き後のパイプに 250℃×30 分の熱処理を行った。この引き抜きにおいて、口付け加工
10 は試験例 2-1 における試料 No. 13-3 と同一条件で、引き抜き加工は試験例 2-2 における試料 No. 15-4 と同一条件にて行った。この条件は以下に述べる空引きとプラグ引きにおいても同様である。

得られた引抜管を用い、図 6 に示すように、空引きとプラグ引きとを組み合わせることでバテッド管を製作する。まず、引抜管 4 の一端
15 側をダイス 3 内に挿通すると共に、この引抜管 4 をダイス 3 内面とプラグ 2 との間で挟み込むことなく空引きを行う（図 6A）。次に、引抜管 4 の中央部は、プラグ 2 をダイス 3 内部にまで到達させて、ダイス 3 内面とプラグ 2 との間で引抜管 4 を圧縮するプラグ引きを行う（図 6B）。そして、引抜管 4 の他端側は、プラグ 2 を後退させて、
20 引抜管 4 をダイス 3 内面とプラグ 2 との間で挟み込むことなく空引きを行う（図 6A）。この工程により、図 7 に示すように、両端部が肉厚で中間部が薄肉のバテッド管 10 を成形することができた。得られたバテッド管 10 の外径は 23mm、両端部の厚みは 2.3mm、中間部の厚みは 2.0mm である。

25 (試験例 3-1)

ZK60 合金の押出母材管(外径 $\phi 10 \sim \phi 45$ mm、肉厚 1.0~5mm)を用い

て、試験例 2-1 と同様に、種々の温度にて加工度の異なる口付け加工を行った。用いた ZK60 合金は、質量%で Zn: 5.9%、Zr: 0.70% を含み、残部が Mg 及び不可避免的不純物からなるマグネシウム基合金である。

- 5 口付け加工は、母材管の端部を 350℃ に加熱し、スウェーjingマシン
のダイスに導入するまでの時間（放冷時間）を変えることで、ダイ
ス導入時の温度（導入温度）を調整した。導入温度は、加熱温度
（350℃）と放冷時間とから計算により推定した。一部の母材管につ
いてはスウェーjingマシンのダイスの加熱を併用した。このダイス
10 の加熱温度は 150℃ である。また、一部の母材管には、端部に円筒状
の銅ブロック（保温材）を挿入して加熱を行った。各母材管の導入温
度、ダイスの加熱の有無、保温材の有無ならびに各加工度での加工性
を表 18 に示す。加工度は $\{ (\text{加工前のパイプ外径} - \text{加工後のパイプの}$
 $\text{外径}) / \text{加工前のパイプ外径} \} \times 100$ で示し、加工性は各加工度で割
15 れなく加工できたものを○、割れたものを×で示している。

表 1 8

試料 No.	化学成分	導入温度 (℃)	ダイス加熱 の有無	保温材の 有無	各加工度での加工性			備考
					3%	5%	10%	
18-1	ZK60	20	なし	なし	×	×	×	
18-2	ZK60	50	なし	なし	○	×	×	
18-3	ZK60	100	なし	なし	○	○	○	
18-4	ZK60	450	なし	なし	○	○	○	
18-5	ZK60	480	なし	なし	○	○	○	※1
18-6	ZK60	20	あり	なし	○	×	×	
18-7	ZK60	50	あり	なし	○	○	×	
18-8	ZK60	100	あり	なし	○	○	○	
18-9	ZK60	450	あり	なし	○	○	○	
18-10	ZK60	480	あり	なし	○	○	○	※1
18-11	ZK60	20	なし	あり	×	×	×	
18-12	ZK60	50	なし	あり	○	○	×	
18-13	ZK60	100	なし	あり	○	○	○	
18-14	ZK60	450	なし	あり	○	○	○	
18-15	ZK60	480	なし	あり	○	○	○	※1

※1：表面酸化が激しく使用不可

この表から明らかなように、母材管端部の導入温度が 50℃である
5 ものは、2～3%程度の加工度であれば割れを生じることなく口付け加工が行えることがわかる。導入温度を 50℃とした試料において、ダイスの加熱か保温材の適用を組み合わせると、より高い加工度で口付

けを行うことができる。また、導入温度を 100～450℃にした試料は 5%以上の高い加工度での口付け加工が可能である。さらに、導入温度が 480℃を超えるものは、加工が可能であるものの表面酸化が著しく、商品としての利用に耐えられなかった。なお、本発明方法による加工では、厚さが 0.5mm のマグネシウム基合金管が得られることも確認できた。

(試験例 3-2)

次に、試験例 3-1 と同一化学成分の押出管に造膜処理を行った母材管も用意した。造膜は、PTFE を水中に分散させ、母材管をこの分散液に浸漬して、引き上げた母材管を 400℃に加熱し、母材管表面に PTFE の樹脂被膜を形成することにより行った。続いて、試験例 3-1 における試料 No.18-3 と同様の口付け加工を行い、この加工後の母材管に引き抜き加工を行った。

引き抜きはドローベンチを用いてプラグ引きにより 1 パスで行う。引き抜き時には、母材管に対し、予熱した潤滑油への浸漬、雰囲気炉による加熱、高周波炉による加熱、引き抜きダイスの加熱のいずれかによる加熱処理を組み合わせた。母材管を潤滑油の油槽、雰囲気炉または高周波炉から取り出し後、引き抜きダイスに導入するまでの時間を変えて出口温度を調整した。出口温度は引き抜きダイスの出口直後における引抜管の温度である。出口温度への昇温速度は 1～2℃/sec であった。引き抜き後の管の冷却は空冷で行い、冷却速度は 1～5℃/sec であった。引抜速度は 10m/min である。

ZK60 の出口温度、加熱方法、潤滑方法、各加工度での加工性を表 19 に示す。加工度は、 $\{(\text{加工前のパイプ断面積} - \text{加工後のパイプの断面積}) / \text{加工前のパイプ断面積}\} \times 100$ で示している。加工性は破断なく引き抜きできたものを「○」、破断したものを「×」、焼き付

いたものを「焼付き」と表示している。「潤滑方法」において、「潤滑油」は母材管に潤滑油を付着させることを、「造膜+潤滑油」は PTFE の樹脂被膜を形成した母材管に潤滑油を付着させることを、

「造膜」は母材管に PTFE の樹脂被膜を形成して潤滑油を用いること

- 5 なく引き抜きを行うことを、「強制潤滑」は潤滑油を強制的にダイスと母材管の間に供給しながら引き抜きを行うことを示している。

表 1 9

試料 No.	化学成分	出口温度 (°C)	加熱方法	潤滑方法	各加工度での加工性		
					5%	10%	20%
19-1	ZK60	20	潤滑油浸漬	潤滑油	○	×	×
19-2	ZK60	50	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	×
19-3	ZK60	100	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	○
19-4	ZK60	200	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	○
19-5	ZK60	250	潤滑油浸漬	潤滑油	○	○	×
19-6	ZK60	20	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	×	×
19-7	ZK60	50	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	×
19-8	ZK60	100	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	○
19-9	ZK60	200	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	○
19-10	ZK60	250	潤滑油浸漬	造膜+潤滑油	○	○	×
19-11	ZK60	200	雰囲気炉	強制潤滑	○	○	○
19-12	ZK60	200	雰囲気炉	造膜+潤滑油	○	○	○
19-13	ZK60	300	雰囲気炉	造膜	○	○	×
19-14	ZK60	200	高周波炉	強制潤滑	○	○	○
19-15	ZK60	200	高周波炉	造膜+潤滑油	○	○	○
19-16	ZK60	300	高周波炉	造膜	○	○	×
19-17	ZK60	100	ダイス加熱	強制潤滑	○	○	○
19-18	ZK60	100	ダイス加熱	造膜+潤滑油	○	○	○
19-19	ZK60	300	ダイス加熱	造膜	○	○	×

これらの表から明らかなように、出口温度を 50～300℃とした場合

に好ましい結果が得られていることがわかる。特に、造膜と潤滑油による潤滑とを組み合わせた試料は、高い加工度での引き抜きが行えることがわかる。

(試験例 3-3)

- 5 さらに、試験例 3-2 の一部の試料については、複数パスでトータル加工度の異なる引き抜きを行い、その一部には引き抜き後に熱処理を施した。引き抜き時の「加熱方法」は潤滑油浸漬、「潤滑方法」は潤滑油である。また、引き抜きは、トータル加工度 15% のものは 1 パスで、30% のものは 2 パスで、45% のものは 3 パスで行った。各パス
- 10 ごとに、潤滑油浸漬により出口温度へ母材管の加熱を行う。トータル加工度は、 $\{ (加工前のパイプ断面積 - 最終加工後のパイプの断面積) / 加工前のパイプ断面積 \} \times 100$ で示している。引き抜き後の熱処理は 250℃×30 分とした。得られたすべての引抜管について伸びと引張強度も測定した。各試料の出口温度、トータル加工度、引き抜き
- 15 後の熱処理の有無、伸び、引張強度を表 20 に示す。

表 20

試料 No.	化学成分	出口温度 (℃)	ト-クル加工度 (%)	引抜き後 熱処理の有無	伸び (%)	引張強度 (MPa)
20-1	ZK60	200	15	なし	4	321
20-2	ZK60	200	30	なし	4	338
20-3	ZK60	200	45	なし	3	372
20-4	ZK60	200	45	あり	18	301

表 20 から明らかなように、引き抜き後に熱処理を施した試料は、

5 高い伸びを示していることがわかる。

(試験例 3-4)

試験例 3-2 における試料 No. 19-4 を用いて曲げ加工を施した。曲げ加工は、常温にて回転引き曲げ加工により、管外径 D が 21.5mm、厚み 1mm の引抜管を半径 $2.8D$ の曲げを付与した。その結果、このよう

10 な曲げ径の小さな場合でも曲げ加工が良好に行えることが確認できた。

(試験例 3-5)

ZK60 材を用いてバテッド加工を行った。まず、外径 28mm、厚さ 2.5mm の押出材からなるパイプを用意し、外径 24mm、厚さ 2.2mm までプラグ引きにて引き抜き加工を行う。続いて、引き抜き後のパイプに 250℃×30 分の熱処理を行った。この引き抜きにおいて、口付け加工は試験例 3-1 における試料 No.18-3 と同一条件で、引き抜き加工は試験例 3-2 における試料 No.19-4 と同一条件にて行った。この条件は以下に述べる空引きとプラグ引きにおいても同様である。

得られた引抜管を用い、図 6 に示すように、空引きとプラグ引きとを組み合わせてバテッド管を製作する。まず、引抜管 4 の一端側をダイス 3 内に挿通すると共に、この引抜管 4 をダイス 3 内面とプラグ 2 との間で挟み込むことなく空引きを行う (図 6A)。次に、引抜管 4 の中央部は、プラグ 2 をダイス 3 内部にまで到達させて、ダイス 3 内面とプラグ 2 との間で引抜管 4 を圧縮するプラグ引きを行う (図 6B)。そして、引抜管 4 の他端側は、プラグ 2 を後退させて、引抜管 4 をダイス 3 内面とプラグ 2 との間で挟み込むことなく空引きを行う (図 6A)。この工程により、図 7 に示すように、両端部が肉厚で中間部が薄肉のバテッド管 10 を成形することができた。得られたバテッド管 10 の外径は 23mm、両端部の厚みは 2.3mm、中間部の厚みは 2.0mm である。

(試験例 4-1)

AM60、AZ31、AZ61 および ZK60 合金の各押出材 (外径 ϕ 26.0mm、肉厚 1.5mm、長さ 2000mm) を準備した。引き抜きを行うための口付け加工を施し、口付け加工の加工硬化を取り除くため、350℃にて 1 時間熱処理を行った後、以下の条件にて引き抜き加工を行った。

引き抜き加工は、プラグを用いたプラグ引きにて行い、ダイス直前

に高周波加熱装置をセットし、ダイスにパイプが挿入される際の温度を 150℃になるように設定した。ダイスは内径：φ24.5mm、プラグは外径：φ21.7mm にて加工を実施した。断面減少率はそれぞれ 15.0% である。その結果、合金種に依らず問題なく加工ができた。高周波加熱は極めて有効な加熱方法であることが確認された。

(試験例 4-2)

AM60、AZ31、AZ61 および ZK60 合金の各押出材（外径φ26.0mm、肉厚 1.5mm、長さ 2000mm）を準備した。引き抜きを行うための口付け加工を施す際に、パイプ先端を 200℃の潤滑油中に浸して加熱し、スウェーピングマシンに導入して口付け加工を行った。この加熱により、パイプに割れなどが生じることなく口付け加工が行えた。加熱時間は 2 分で十分加熱でき、加熱手段として潤滑油への浸漬が有効であることがわかった。また、本発明方法による加工では、厚さが 0.5mm のマグネシウム基合金管が得られることも確認できた。

(試験例 4-3)

AZ61 合金の押出材（外径φ26.0mm、肉厚 1.5mm、長さ 2000mm）を 20 本準備した。引き抜きを行うための口付け加工を施した後、10 本の押出材における引き抜き時の初期加工部周辺に被膜処理を行った。被膜処理は、PTFE を水中に分散させ、初期加工部周辺のみを分散液に浸漬し、引き上げた後、浸漬部のみ 400℃の温度にて 5 分間加熱処理を行った。

この被膜処理を施した 10 本と残りの被覆処理しない 10 本の押出材について引き抜き加工を行った。引き抜き加工は、プラグを用いたプラグ引きにて行い、180℃に加熱した潤滑油中にパイプを浸漬することにより加熱し、引き上げた後、冷却される前にドロ잉ベンチにて引き抜き加工を行った。ダイス挿入直前のパイプの温度は約

150℃であった。ダイスは内径：φ24.5mm、プラグは外径：φ21.7mm
にて加工を実施した。断面減少率は15.0%である。

被膜処理を行わなかったパイプでは10本中6本に焼き付き現象が
認められたのに対して、被膜処理を行ったパイプでは全て焼き付きは
5 認められなかった。すなわち、初期加工部周辺のみ被膜処理を行う
だけでも焼き付き防止に大きな効果があることがわかる。

(試験例 4-4)

AZ61 合金の押出材（外径φ26.0mm、肉厚 1.5mm、長さ 2000mm）を
20 本準備した。この押出材に口付け加工を行い、一旦外径φ24.5mm、
10 肉厚 1.5mm に引き抜き加工を行った後、350℃にて1時間の加熱処理
を行った。

上記で得られたパイプを被加工材とし、引き抜きを行うための口付
け加工を施した後、更に引き抜き加工を行った。引き抜き加工は、プ
ラグを用いたプラグ引きにて行った。合計 20 本の試料のうち、10 本
15 は 350℃に加熱した雰囲気加熱炉中にてパイプ先端部（加工が始まる
際にダイスおよびプラグが接触する初期加工部）を加熱し、室温まで
冷却される前にドロ잉ベンチにて引き抜き加工を行った。ダイ
ス挿入時のパイプの温度は約 200℃であった。残りの 10 本は、加熱
することなく引き抜き加工を行った。残りの試料は、パイプ先端部の
20 加熱を行うことなく引き抜き加工を行った。ダイスは内径：φ23.1mm、
プラグは外径：φ20.4mm にて加工を実施した。断面減少率は 14.9%
である。

パイプ先端部の加熱を行わなかったパイプは 10 本中 9 本に焼き付
き現象が認められたのに対して、パイプ先端部の加熱を行ったパイプ
25 では焼き付きは認められなかった。すなわち、パイプ先端部の加熱だ
けでも焼き付き防止に大きな効果があることがわかる。

また、同様の実験を、パイプ先端部の加熱温度を変えて行ったところ、150℃未満の加熱温度では効果は少なく、400℃以上では加工は可能であるが、酸化が認められた。

(試験例 4-5)

- 5 AZ61 の押出材（外径φ34.0mm、肉厚 3.0mm、長さ 2000mm）を準備した。引き抜きを行うための口付け加工を施し、口付け加工の加工硬化を取り除くため、350℃の温度にて1時間熱処理を行った後、以下の条件にて引き抜き加工を行った。引き抜き加工はプラグを用いたプラグ引きにて行い、ダイスは内径：φ31mm、プラグは外径：φ25mm
- 10 にて10本の加工を実施した。断面減少率は9.7%である。180℃に加熱した潤滑液中にパイプを浸漬することにより加工前のパイプを加熱し、加工温度を140℃とした。ここで言う加工温度とは、ダイス挿入直前のパイプ温度である。

得られた引き抜きパイプに350℃にて1時間の熱処理を実施した。

- 15 熱処理後の材料を以下の条件にてマンドレルを用いてバテッド加工を行った。パイプ両端の肉厚の厚い部分（肉厚部：パイプの外径：φ30mm）は、外径：φ24.2mmのマンドレルで加工を行い、パイプ中間の肉厚の薄い部分（薄肉部）は、外径が局部的に大きくなったマンドレルを用いて加工を行った。加工の条件は、①加工温度を室温として
- 20 パイプにフッ素樹脂被膜処理した場合、②加工温度を室温としてマンドレルにフッ素樹脂被膜処理をした場合、③加工温度を室温として被膜処理をしない場合、④加工温度を140℃としてパイプにフッ素樹脂被膜処理した場合、⑤加工温度を140℃としてマンドレルにフッ素樹脂被膜処理をした場合、⑥加工温度を140℃として被膜処理をしない
- 25 場合とした。フッ素樹脂被膜は、水分散タイプのPFAを用いた。加工の可否を表21に示す。

表 2 1

パス	ダイス内径 (mm)	薄肉部内径 (mm)	薄肉部加工度 (%)	室温加工			140℃加工		
				パイプにフッ 素樹脂塗布	マンドレルに フッ素樹脂塗布	被膜処理 なし	パイプにフッ 素樹脂塗布	マンドレルに フッ素樹脂塗布	被膜処理 なし
1	29.0	23.2	9.9	○	○	○	○	○	○
2	29.0	23.5	14.1	○	○	○	○	○	○
3	29.0	23.8	18.3	○	○	○	○	○	○
4	29.0	24.0	21.1	○	○	×	○	○	○
5	29.0	24.5	28.3	×	×	×	○	○	○

この表を見てわかるように、マグネシウム基合金管のパテッド加工

がマンドレルにより可能であり、パイプ又はマンドレルにフッ素樹脂被膜を形成させることにより、より大きな肉厚の違いのあるバテッド管の作製が可能である。更には、加工温度を上げることにより、より大きな肉厚差のあるバテッド管が作製可能である。

- 5 加工温度は 100℃未満では効果はなく、350℃を越えると破断してしまった。これは、材料強度の低下のためである。

さらに、肉厚部を加工するマンドレルの外径を 22.0mm とし、薄肉部を加工するマンドレルの外径を 24.5mm として加工を行った。この加工は、パイプにフッ素樹脂被膜処理を施して室温にて行う。その際、
10 内径 29.6mm→28.7mm→28.0mm と 3 枚のダイスを用いて 1 パスごとに 350℃の焼鈍工程を行った。その結果、肉厚部の厚みが 3.0mm、薄肉部の厚みが 1.75mm という大きな厚み差のあるバテッド管を得ることができた。

15 産業上の利用可能性

以上説明したように本発明マグネシウム基合金管の製造方法によれば、口付け条件あるいは引き抜き加工条件を特定することで、強度と靱性とを兼ね備えたマグネシウム基合金管を得ることができる。特に、この管は、高い引張強度、高い YP 比または高い 0.2% 耐力を有し、
20 伸びといった靱性においても優れた特性を示している。従って、本発明マグネシウム基合金管は、椅子、テーブル、車椅子、担架、登山用のステッキなどに用いられるパイプや、自動車などのフレーム用パイプなど、強度に加えて軽量であることを要求される用途に有効である。

請求の範囲

1. 以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であって、引き抜きにより得られたことを特徴とするマグネシウム基合金管。

5 ①質量％で、Al : 0.1~12.0%

②質量％で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%

2. 伸びが 3% 以上、引張強度が 250MPa 以上であることを特徴とする請求の範囲第 1 項に記載のマグネシウム基合金管。

10 3. 引張強度が 350MPa 以上であることを特徴とする請求の範囲第 2 項に記載のマグネシウム基合金管。

4. 伸びが 15~20% で、引張強度が 250~350MPa であることを特徴とする請求の範囲第 2 項に記載のマグネシウム基合金管。

5. 伸びが 5% 以上、引張強度が 280MPa 以上であることを特徴とする請求の範囲第 2 項に記載のマグネシウム基合金管。

15 6. 引張強度が 300MPa 以上であることを特徴とする請求の範囲第 5 項に記載のマグネシウム基合金管。

7. 伸びが 5% 以上 12% 未満であることを特徴とする請求の範囲第 5 項に記載のマグネシウム基合金管。

20 8. 伸びが 12% 以上であることを特徴とする請求の範囲第 5 項に記載のマグネシウム基合金管。

9. 以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であって、YP 比が 0.75 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金管。

①質量％で、Al : 0.1~12.0%

②質量％で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%

25 10. YP 比が 0.75 以上 0.90 未満であることを特徴とする請求の範囲第 9 項に記載のマグネシウム基合金管。

1 1. YP 比が 0.90 以上であることを特徴とする請求の範囲第 9 項に記載のマグネシウム基合金管。

1 2. 以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であって、0.2% 耐力が 220MPa 以上であることを特徴とするマグネシウム
5 基合金管。

①質量%で、Al : 0.1~12.0%

②質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%

1 3. 0.2% 耐力が 250MPa 以上であることを特徴とする請求の範囲第 1 2 項に記載のマグネシウム基合金管。

10 1 4. 以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であって、管を構成する合金の平均結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするマグネシウム基合金管。

①質量%で、Al : 0.1~12.0%

②質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%

15 1 5. 以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であって、管を構成する合金の結晶粒径が、微細な結晶粒と粗大な結晶粒の混粒組織であることを特徴とするマグネシウム基合金管。

①質量%で、Al : 0.1~12.0%

②質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%

20 1 6. 管を構成する合金が平均粒径 $3\mu\text{m}$ 以下の結晶粒と、平均粒径 $15\mu\text{m}$ 以上の結晶粒との混合組織であることを特徴とする請求の範囲第 1 5 項に記載のマグネシウム基合金管。

1 7. 平均粒径 $3\mu\text{m}$ 以下の結晶粒の面積率が、全体の 10% 以上であることを特徴とする請求の範囲第 1 6 項に記載のマグネシウム基合
25 金管。

1 8. 以下のいずれかの化学成分を含むマグネシウム基合金管であ

って、この管の金属組織が双晶と再結晶粒の混合組織であることを特徴とするマグネシウム基合金管。

①質量%で、Al : 0.1~12.0%

②質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%

5 19. 管表面の表面粗さが $R_z \leq 5 \mu m$ であることを特徴とする請求の範囲第1~18項のいずれかに記載のマグネシウム基合金管。

20. 管表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下であることを特徴とする請求の範囲第1~18項のいずれかに記載のマグネシウム基合金管。

10 21. 管の外径の偏径差が 0.02mm 以下であることを特徴とする請求の範囲第1~18項のいずれかに記載のマグネシウム基合金管。

22. 管の横断面形状が、非円形断面であることを特徴とする請求の範囲第1~18項のいずれかに記載のマグネシウム基合金管。

15 23. 質量%で、Al : 0.1~12.0%を含むマグネシウム基合金管であって、更に質量%で Mn : 0.1~2.0%を含むことを特徴とする請求の範囲第1~18項のいずれかに記載のマグネシウム基合金管。

20 24. 質量%で、Al : 0.1~12.0%を含むマグネシウム基合金管であって、更に質量%で Zn : 0.1~5.0% 及び Si : 0.1~5.0% よりなる群から選択された少なくとも1種を含むことを特徴とする請求の範囲第23項に記載のマグネシウム基合金管。

25 25. 厚さが 0.5mm 以下であることを特徴とする請求の範囲第1~18項のいずれかに記載のマグネシウム基合金管。

26. 外径が長手方向に均一で、内径は両端部が小さく、中間部が大きいバテッド管であることを特徴とする請求の範囲第1~18項のいずれかに記載のマグネシウム基合金管。

27. 下記の(A)~(C)のいずれかの化学成分からなるマグネシウム

基合金の母材管を用意する工程と、

(A) : 質量%で、Al : 0.1~12.0%を含むマグネシウム基合金

(B) : 質量%で、Al : 0.1~12.0%を含み、さらに Mn : 0.1~2.0%、
Zn : 0.1~5.0% 及び Si : 0.1~5.0% よりなる群から選択された少な

5 くとも1種を含むマグネシウム基合金

(C) : 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.1~2.0%を含むマグネシ
ウム基合金

母材管に口付け加工する口付け工程と、

口付けされた母材管を引き抜き加工する引き抜き工程とを具え、

10 前記引き抜き工程は引き抜き温度を 50℃以上として行うことを特
徴とするマグネシウム基合金管の製造方法。

28. 前記引き抜き温度への加熱は、雰囲気炉での母材管の加熱、
高周波加熱炉での母材管の加熱または引き抜きダイスの加熱により行
うことを特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金
15 管の製造方法。

29. 引き抜き温度が 100℃以上 350℃以下であることを特徴とす
る請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

30. 引き抜き加工の一回の加工における断面減少率が5%以上で
あることを特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合
20 金管の製造方法。

31. 引き抜き加工は複数のダイスにより多段階に行われることを
特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金管の製造
方法。

32. 引き抜き加工は少なくともダイスを用いた加工で、

25 口付け加工した母材管がダイスと接触する初期加工部のみを加熱し、
その加熱温度もしくは冷却途中にて引き抜き加工を行うことを特徴と

する請求の範囲第 2 7 項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

3 3. 初期加工部の加熱温度が 150℃以上 400℃未満であることを特徴とする請求の範囲第 3 2 項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

5 3 4. 下記の (A)～(C)のいずれかの化学成分からなるマグネシウム基合金の母材管を用意する工程と、

(A) : 質量%で、Al : 0.1～12.0%を含むマグネシウム基合金

10 (B) : 質量%で、Al : 0.1～12.0%を含み、さらに Mn : 0.1～2.0%、Zn : 0.1～5.0% 及び Si : 0.1～5.0% よりなる群から選択された少なくとも 1 種を含むマグネシウム基合金

(C) : 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.1～2.0%を含むマグネシウム基合金

母材管に口付け加工する口付け工程と、

口付けされた母材管を引き抜き加工する引き抜き工程とを具え、

15 前記口付け工程は、少なくとも口付け加工機に導入される母材管の先端加工部を加熱して行うことを特徴とするマグネシウム基合金管の製造方法。

20 3 5. 前記先端加工部の加熱は、口付け加工機における母材管との接触部を加熱することで行うことを特徴とする請求の範囲第 3 4 項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

3 6. 前記口付け加工は、少なくとも先端加工部における導入温度を 50～450℃として行うことを特徴とする請求の範囲第 3 4 項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

25 3 7. 前記口付け加工は、母材管の端部に保温材を挿入して行うことを特徴とする請求の範囲第 3 4 項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

38. 前記口付け加工は、加熱された液中にて母材管の先端を加熱し、スウェーピングマシンにて行うことを特徴とする請求の範囲第34項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

39. 前記引き抜き工程に先立って母材管の少なくとも初期加工部に潤滑処理を施す工程を具えることを特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

40. 前記潤滑処理は、予熱した潤滑油に母材管を浸漬することを特徴とする請求の範囲第39項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

41. 前記潤滑処理は、母材管に潤滑被膜を形成することを特徴とする請求の範囲第39項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

42. 前記潤滑被膜がフッ素系樹脂被膜であることを特徴とする請求の範囲第41項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

43. フッ素系樹脂が、PTFE または PFA であることを特徴とする請求の範囲第42項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

44. 前記潤滑被膜は、フッ素系樹脂を水に分散し、この分散水に母材管を浸漬して、分散水から引き上げた母材管を加熱することで形成することを特徴とする請求の範囲第41項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

45. 分散水から引き上げた母材管を 300～450℃にて加熱処理することを特徴とする請求の範囲第44項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

46. 引き抜き加工がダイスを貫通するマンドレルを用いるマンドレル引きで、

このマンドレルに潤滑被膜を形成することを特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

47. 前記引き抜き工程は、

母材管の一端側をダイス内に挿通すると共に、この母材管をダイス内面とプラグとの間で挟み込むことなく空引きを行い、

母材管の中央部はダイス内面とプラグとの間で母材管を圧縮するプ

5 ラグ引きを行い、

母材管の他端側は母材管をダイス内面とプラグとの間で挟み込むことなく空引きを行って、両端部が肉厚で中間部が薄肉のバテッド管を成形することを特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

10 48. 引き抜き加工がダイスを貫通するマンドレルを用いるマンドレル引きで、

このマンドレルに外径が長さ方向で異なるマンドレルを用いてバテッド管を成形することを特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

15 49. 引き抜き時、ダイス出口側に突出した母材管の先端加工部を把持して引き抜くことを特徴とする請求の範囲第48項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

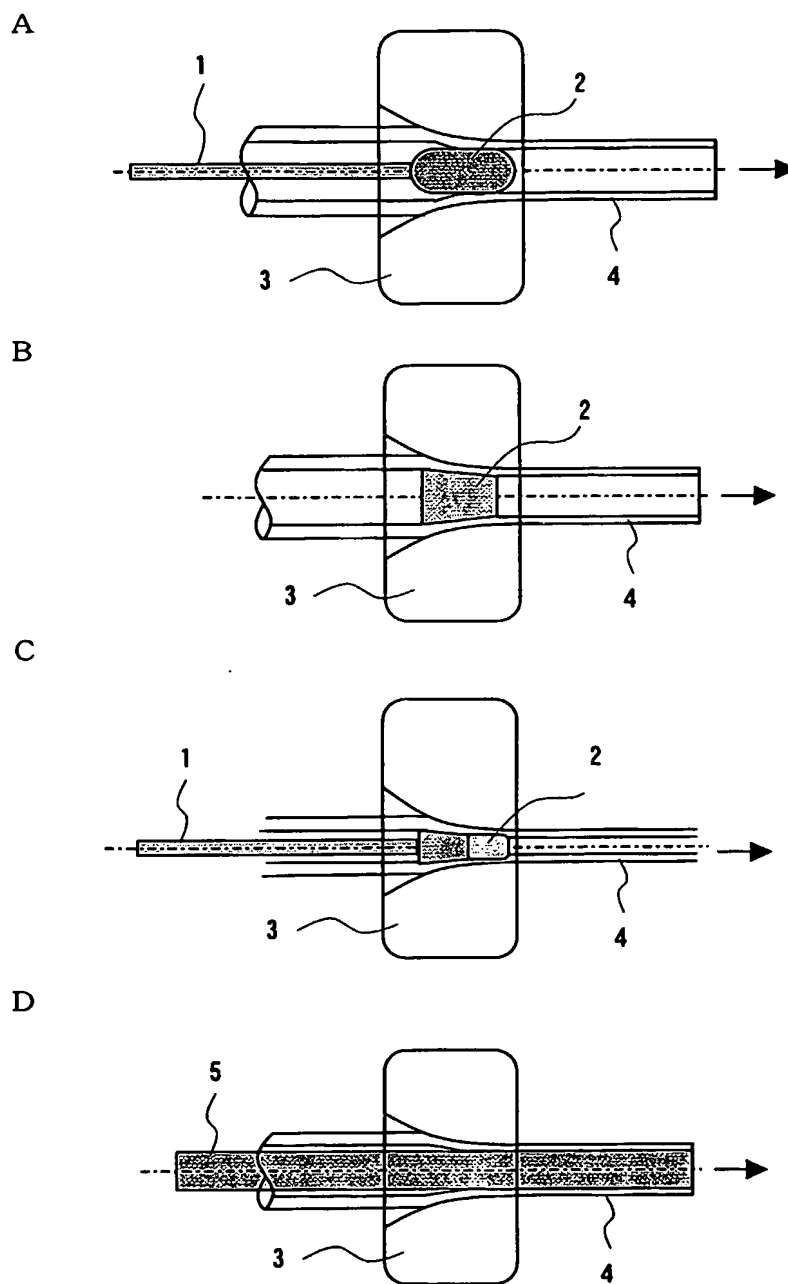
50. ダイス径を変更して複数回引き抜きを行なうことを特徴とする請求の範囲第48項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

20 51. さらに、引き抜き加工して得られた加工管を150℃以上に加熱する熱処理工程を具えることを特徴とする請求の範囲第27項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

52. 熱処理工程の加熱温度が300℃以下であることを特徴とする請求の範囲第51項に記載のマグネシウム基合金管の製造方法。

1 / 6

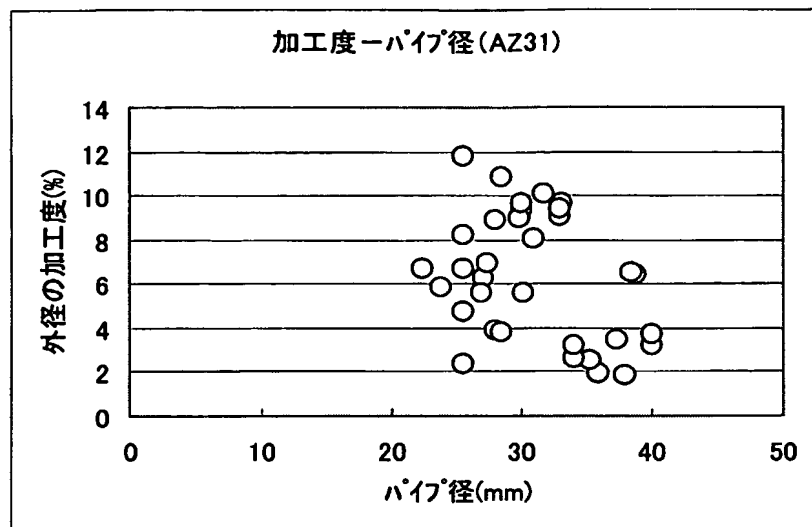
第1図



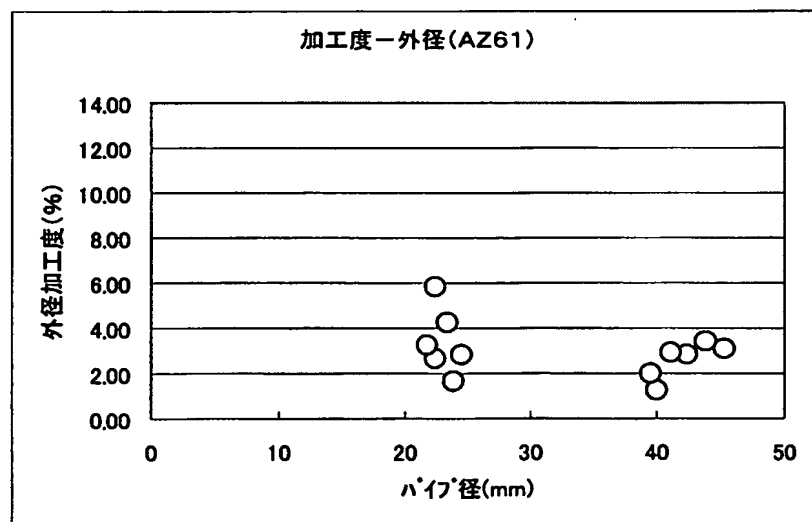
BEST AVAILABLE COPY

2 / 6

第2図

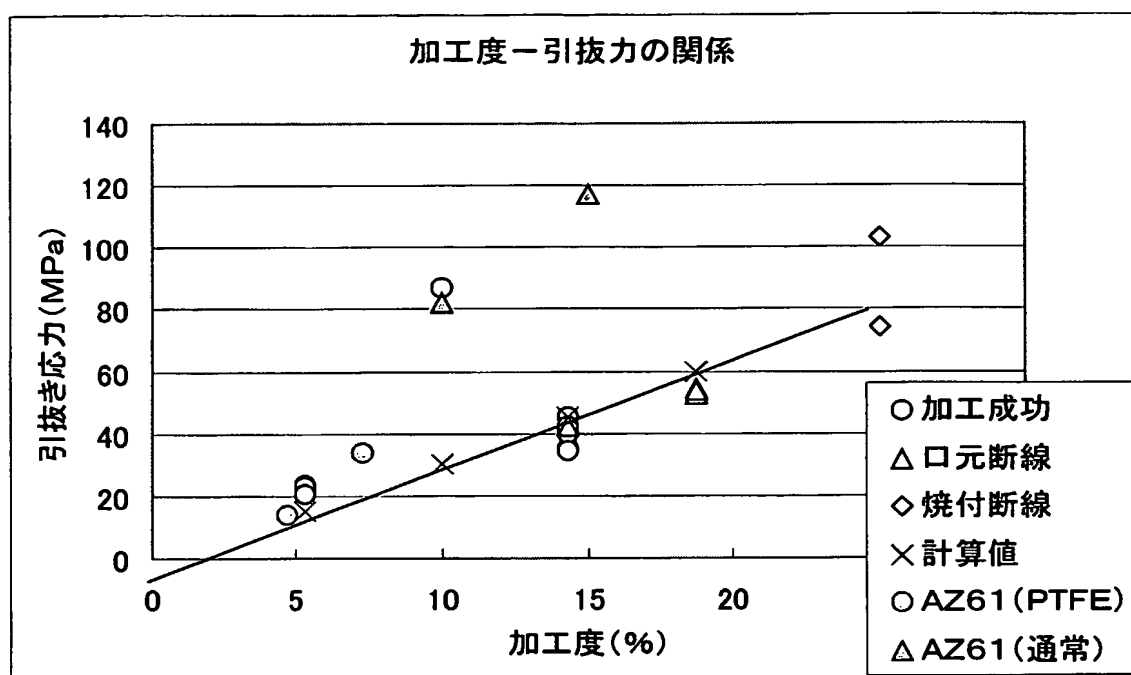


第3図



3 / 6

第4図



4 / 6

第5図



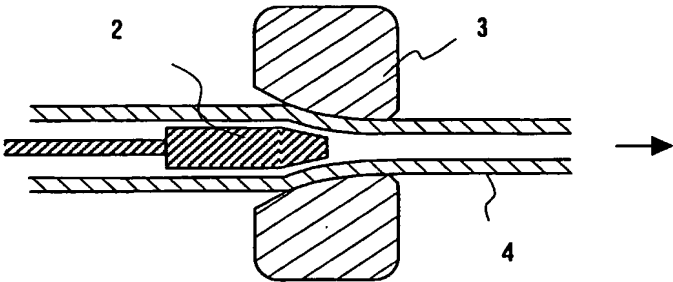
50 μ m

BEST AVAILABLE COPY

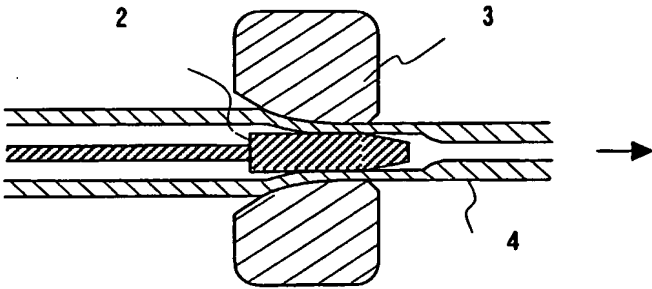
差替え用紙(規則26)

第6図

A



B



6 / 6

第7図

